

表 1 绿原酸回收率实验结果

取样量 / mg	样品含量 / mg	加入量 / mg	测得量 / mg	回收率 / %
1. 618 7	0. 607 0	0. 580 0	1. 173 7	97. 7
1. 542 6	0. 578 5	0. 580 0	1. 134 2	95. 8
1. 501 8	0. 563 2	0. 580 0	1. 122 9	96. 5
1. 573 9	0. 590 2	0. 580 0	1. 171 8	100. 0
1. 496 2	0. 561 1	0. 580 0	1. 025 9	97. 4
1. 585 0	0. 594 4	0. 580 0	1. 162 1	97. 9

表 2 样品含量测定结果

批号	绿原酸的含量 / %	每粒含绿原酸的量 / μg
060801	0. 037 6	93. 75
060802	0. 037 8	94. 50
060803	0. 038 1	95. 25
060804	0. 037 0	92. 50
060805	0. 037 9	94. 75

3 讨论

用 TLC法鉴别万太丹胶囊中紫草、槐花、金银花、丹参的特征色谱斑点,斑点清晰,阴性对照无干扰,专属性强,重复性好,可以定性地控制该制剂的质量。本实验中,紫草的鉴别采用了紫草药材作为对照品,结果表明,检出成分不受处方中其他组分的干扰,方法可

行。为了避免各因素对薄层色谱的影响,展开时室温均控制在 18~25℃之间,相对湿度范围为 45%~65%^[3]。

含量测定的流动相选择中,曾采用《中华人民共和国药典》中绿原酸的流动相条件(乙腈:0.4%磷酸溶液=13:87),但由于万太丹胶囊中中药成分太多,对绿原酸的峰干扰较大,因而分离度不好,将流动相选择为乙腈:0.3%磷酸溶液=15:85后,绿原酸的分离效果得到明显改善,且磷酸浓度较《中华人民共和国药典》标准浓度低,有利于保护色谱柱,是测定万太丹胶囊中绿原酸含量的最佳流动相条件^[4]。

[DOI] 10.3870/yfdb.2009.12.037

参考文献

- [1] 李维忠,张勤.妇康丸的显微及薄层色谱鉴别研究[J].时珍国医国药,2007,18(6):1468.
- [2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[Z].北京:化学工业出版社,2005:附录 31.
- [3] 国家药典委员会.中药薄层色谱彩色集[M].广州:广东科技出版社,1995:473.
- [4] 赵丽茹,张小兰,王永生.止咳宁嗽胶囊质量标准的研究[J].时珍国医国药,2007,18(6):1452~1453.

高效液相色谱法测定盐酸奈福泮的含量

罗立骏,龚士学,张伟

(重庆市药品检验所,401121)

摘要 目的 建立高效液相色谱法测定盐酸奈福泮片的含量。方法 采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)色谱柱,以 0.01 mol·L⁻¹庚烷磺酸钠溶液(取 2.02 g庚烷磺酸钠,溶于纯化水约 900 mL 中,加入三乙胺 2 mL,用稀磷酸溶液调节 pH 值为 3.0,加纯化水至 1 000 mL)乙腈(67:33)作为流动相,流速:1.0 mL·min⁻¹,检测波长 215 nm。结果 盐酸奈福泮浓度线性范围为 10.95~65.70 μg·mL⁻¹ ($r=0.9999$),平均回收率为 99.8%,RSD = 0.67% ($n=9$),最低检出限为 19.6 ng,定量限为 65.3 ng。结论 该方法专属性强,结果准确,适用于快速测定盐酸奈福泮片的含量。

关键词 奈福泮,盐酸;色谱法,高效液相;含量测定

中图分类号 R971.1; R927.2

文献标识码 A

文章编号 1004-0781(2009)12-1623-02

盐酸奈福泮为一种新型的非麻醉性中枢镇痛药,兼有轻度的解热和肌松作用。化学结构属于环化邻甲基苯海拉明。不具有非甾体抗炎药的特性,亦非阿片受体激动药。对中、重度疼痛有效,其镇痛作用与吗啡相当。对呼吸抑制作用较轻,对循环系统无抑制作用,具有依赖性小、不良反应小等优点。一般常用于手术后、癌症、急性外伤镇痛,亦用于急性胃炎、胆道蛔虫症、输尿管结石等引起的内脏平滑肌绞痛^[1,2]。盐酸奈

福泮片质量标准收载于《中华人民共和国药典》^[3],采用非水滴定法测定含量,经实验考察,因辅料中硬脂酸镁的影响,使测定结果偏高,同时,因该法需要添加醋酸汞试液,易对环境造成污染。笔者根据盐酸奈福泮的性质,建立了以水溶解并稀释样品,再经离心处理供试溶液的方法,采用高效液相色谱(HPLC)法进行盐酸奈福泮片的含量测定。该法准确、可靠、便捷,更适用于盐酸奈福泮片的含量测定。

1 仪器与试药

1.1 仪器 安捷伦 1100型高效液相色谱仪(配备紫外检测器及二极管阵列检测器);湘仪实验设备有限公司 H1650-W 型离

[收稿日期] 2009-02-27

[修回日期] 2009-07-06

[作者简介] 罗立骏(1978-),男,广西人,药师,学士,从事药品检验工作。电话:023-86072741, E-mail: amd19972009@sina.com。

心机。

1.2 试药 盐酸奈福泮对照品(中国药品生物制品检定所,批号:100168-200602,纯度99.9%),盐酸奈福泮片(收集国内7个生产厂家共7批样品,规格为每片20mg),庚烷磺酸钠为色谱专用级,乙腈为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱:A gilent Edipse XDB-C₁₈(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:0.01 mol·L⁻¹庚烷磺酸钠溶液(取2.02 g庚烷磺酸钠,溶于约900 mL水中,加入三乙胺2mL,用稀磷酸溶液调节pH值为3.0,加水至1 000 mL)乙腈(67:33);流速:1.0 mL·min⁻¹;检测波长为215 nm;柱温为25℃;进样体积为20 μL。盐酸奈福泮峰的理论塔板数为8 900,空白辅料、对照品及样品的色谱图见图1。

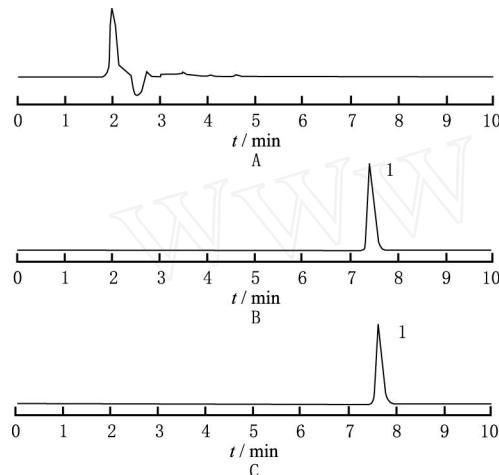


图1 空白辅料(A)、对照品(B)及样品(C)HPLC色谱图
1.盐酸奈福泮

3 溶液的制备

3.1 对照品储备液 精密称取盐酸奈福泮对照品约10 mg,置50 mL量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

3.2 对照品溶液 取“3.1”项下的对照品储备液5.0 mL,置25 mL量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

3.3 供试品溶液 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(相当于盐酸奈福泮20 mg),置500 mL量瓶中,加水适量,使盐酸奈福泮充分溶解,加水稀释至刻度,摇匀,取溶液适量离心(3 000 r·min⁻¹)5 min,取上清液即得。

4 方法与结果

4.1 线性关系考察 分别精密量取对照品储备液5,10,15,20,25,30 mL,置100 mL量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水稀释成系列浓度($10.95 \sim 65.70 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$),摇匀,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积(Y)为纵坐标,浓度(X)为横坐标,进行线性回归,得回归方程: $Y = 56.613X - 13.867$, $r = 0.9999$ 。结果表明:盐酸奈福泮在 $10.95 \sim 65.70 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 浓度范围内呈良好线性关系。

4.2 精密度实验 取上述对照品溶液,连续进样6次,测定峰面积, RSD为0.43%,表明精密度良好。

4.3 重复性实验 照“3.3”项下的方法,制备6份供试品溶

液,依法测定含量,盐酸奈福泮片含量测定结果的RSD为0.65%,方法重复性良好。

4.4 回收实验 精密称取盐酸奈福泮对照品约15 mg,置500 mL量瓶中,约10 mg与12 mg,置250 mL量瓶中,每个浓度组各3份,按配方比例加入空白辅料,照“3.3”项下方法制备供试液,依法测定,结果3个浓度组的平均回收率分别为100.0%,99.2%,100.1%。9份样品的平均回收率为99.8%,RSD为0.67%。

4.5 稳定性实验 取供试品溶液分别于0,2,4,6,8,10 h进样,测得峰面积计算RSD为0.3%,表明样品溶液在10 h内稳定。

4.6 最低检出限与定量限 当信噪比为3时,最低检出限为19.6 ng;当信噪比为10时,定量限为65.3 ng。

4.7 样品测定 取“3.3”项下的供试品溶液及“3.2”项下的对照品溶液各20 μL,按上述色谱条件测定。按外标法峰面积分别计算样品中的盐酸奈福泮的含量,并与非水滴定法测定的含量进行比较,结果见表1。

表1 盐酸奈福泮样品测定结果比较

生产厂家	批号	非水滴定法	HPLC法
厂家1	20060902	99.5	97.9
厂家2	08011801	98.6	97.1
厂家3	20080301	97.8	94.6
厂家4	20060801	99.4	98.3
厂家5	20070311	93.8	90.8
厂家6	20080101	98.4	97.0
厂家7	061201	100.9	99.6

5 讨论

5.1 流动相与检测波长的选择 由于盐酸奈福泮为带正电荷的化合物,故在流动相添加庚烷磺酸钠与其形成离子对,使盐酸奈福泮保持稳定,同时,添加三乙胺,改善峰形。PDA检测器扫描紫外吸收光谱,显示本品在267 nm附近有最大吸收,但吸收度非常小,在215 nm附近有一平缓的最大吸收,且吸收度比较大,考虑到流动相中的庚烷磺酸钠、乙腈在215 nm附近均无显著的紫外吸收,因此将检测波长定为215 nm。

5.2 提取条件的确定 盐酸奈福泮在水中溶解,滤纸对其有较显著的吸附,故采用水作溶剂,经离心后实验,回收实验的回收率为99.8%,表明供试液的制备方法可行。

5.3 两种方法测定结果差异的原因 经实验证明,采用非水滴定法测定,处方中的硬脂酸镁,也要消耗高氯酸滴定液,视处方差异,使滴定结果显著偏高1%~5%。

总之,本方法操作简便,专属性强,适于盐酸奈福泮片的含量测定。

[DOI] 10.3870/yydb.2009.12.038

[参考文献]

- [1] 阳玲,胡波,李桂蓉.盐酸奈福泮在玻璃体切除术中的镇痛效果的观察及护理[J].全科护理,2008,6(20):2730-2732.
- [2] 马玉珊,林雪梅,江晓琴.盐酸奈福泮用于妇科腹腔镜术后镇痛的临床观察[J].华西医学,2007,22(3):498-499.
- [3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(二部)[Z].北京:化学工业出版社,2005:533.