

骨伤平口服液的质量标准研究

★ 张军平 (江西省南昌市药品检验所 南昌 330003)

★ 李石蓉 (江西省南昌市第一医院 南昌 330008)

关键词:骨伤平口服液;丹参;延胡索;三七;薄层色谱

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

骨伤平口服液是由丹参、当归、青皮、土鳖、延胡索、三七等十一味中药组成,具有活血散瘀、消肿止痛的功效,用于四肢骨、软组织损伤初期等。为了控制质量,采用薄层色谱法对制剂中的丹参、延胡索、三七进行了定性鉴别。

1 实验材料

FA2004 电子天平;SB5200 超声清洗器。

试药:原儿茶醛对照品(编号:810-200205)、延胡索乙素(编号:726-200208)、三七对照药材(编号:0941-9803)均由中国药品生物制品检定所提供;骨伤平口服液(南昌市洪都中医院院内制剂,批号:20030901、20030902、20030903);所用试剂均为分析纯;硅胶 G、硅胶 H 青岛海洋化工厂。

2 方法与结果

2.1 丹参的鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品 10 mL,用醋酸乙酯提取 2 次,每次 10 mL,合并醋酸乙酯液,将醋酸乙酯层蒸干,残渣加无水乙醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 阴性对照品溶液的制备 除去丹参外,其余各药按处方量投料制成阴性对照品,再取阴性对照品 10 mL,按上法制得阴性对照溶液。

2.1.3 对照品溶液的制备 取原儿茶醛对照品,加无水乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.1.4 鉴别 照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 IV B)试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘和剂的硅胶 H 薄层板上,以苯-醋酸乙酯-甲酸(8:5:4)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同蓝色黄荧光斑点, $R_f=0.6$ 。

2.2 延胡索的鉴别

2.2.1 供试品溶液的制备 取本品 10 mL,用醋酸乙酯提取 2 次,每次 10 mL,合并醋酸乙酯液,将醋酸乙酯层蒸干,残渣加水 10 mL 溶解,加浓氨试液调 pH 值至 11~12,用乙醚提取 2 次,每次 10 mL,合并乙醚液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.2.2 阴性对照品溶液的制备 除去延胡索外,其余各药按处方量投料制成阴性对照品,再取阴性对照品 10 mL,按上法制得阴性对照溶液。

2.2.3 对照品溶液的制备 取延胡索乙素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.2.4 鉴别 照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一用 1% 氢氧化钠制备的硅胶 G 薄层板上,以正己烷-氯仿-甲醇(7.5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置碘蒸气熏至斑点显色清晰。在空气中挥尽板上吸附的碘后,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的黄色荧光斑点, $R_f=0.47$ 。

2.3 三七的鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备 取本品 10 mL,加水饱和的正丁醇提取 2 次,每次 10 mL,合并正丁醇液,用氨试液 10 mL 洗涤,弃去氨试液,再用正丁醇饱和的水洗涤 2 次,每次 10 mL,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.3.2 阴性对照品溶液的制备 除去三七外,其余各药按处方量投料制成阴性对照品,再取阴性对照品 10 mL,按上法制得阴性对照溶液。

2.3.3 对照药材溶液的制备 取三七对照药材 1 g,加甲醇 20 mL,超声处理 15 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水 10 mL,同供试品法制得对照药材溶液。

2.3.4 鉴别 照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(13:7:2)10 $^{\circ}$ C 以下放置分层的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干;喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10),于 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同紫褐色斑点, $R_f=0.2$ 、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7。

3 讨论

(1)应用薄层色谱法对本品中丹参、延胡索、三七进行定性鉴别,方法简便,结果清晰,重现性好,为确保药品质量提供了依据。

(2)延胡索的薄层色谱曾选用正己烷-氯仿-甲醇(7.5:4:1)、环己烷-丙酮(7:3)为展开剂,结果以正文记载的展开系统效果好。

(收稿日期:2004-03-04)