

热毒清滴眼液的质量标准研究

陈红梅,陈静宜,钟良玉(杭州市中医院,浙江 杭州 310007)

摘要:目的 建立热毒清滴眼液质量标准。方法 建立龙胆的 TLC 鉴别,用紫外分光光度法进行黄连的含量测定。结果 TLC 斑点清晰,测定盐酸小檗碱含量在 $4 \sim 20 \mu\text{g}/\text{mL}$ 内线性良好,平均回收率 99.5% , $\text{RSD} 1.58\%$ 。结论 本法准确、重现性好,为制剂的质量控制提供了可行的手段。

关键词:热毒清滴眼液;质量标准;薄层色谱;紫外分光光度法

中图分类号:R926.2;R988.1 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2004)04-0322-02

Study on the quality standard of Reduqing eye drops

CHEN Hong mei, CHEN Jing yi, ZHONG Liang yu (Hangzhou Hospital of Traditional Chinese Medicine, Hangzhou 310007, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish a method for quality control of Reduqing eye drops. **METHOD** Radix Gentianae was identified by TLC, the content of berberine hydrochloride was determined by spectrometry. **RESULTS** The dots on thin lay were clear. The assay for berberine hydrochloride was linear over the range of $4 \sim 20 \mu\text{g}/\text{mL}$. The average recovery was 99.5% , with the $\text{RSD} = 1.58\%$. **CONCLUSION** The method developed is accurate and reproducibility which can be used for quality control of this prepara-

KEY WORDS:Qinrejiedu eye drops ; quality standard ; TLC ; spectrometry

热毒清滴眼液为我院院内制剂,由黄连、龙胆等中药组成,具有清热解毒、开窍醒目的功效,用于治疗带状疱疹性角膜炎、春季卡他性结膜炎等,临床验证疗效显著。为了控制产品质量,确保临床疗效,本实验建立了龙胆草的薄层色谱鉴别方法,并采用紫外分光光度法对君药黄连进行有效成分含量测定,结果显示,本实验方法简便、灵敏、准确,且重现性好。

1 仪器与试剂

UV-265 型紫外分光光度计;龙胆苦苷、盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所);热毒清滴眼液(本院制剂室);所有试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 龙胆薄层色谱鉴别

2.1.1 取本品 20 mL,水浴上挥干,加甲醇 10 mL 使溶解,滤过,滤液浓缩至 2 mL,作为供试品溶液。

2.1.2 取龙胆对照药材 0.5 g,加甲醇 5 mL,剧烈振摇,滤过,滤液浓缩至 1 mL 作为对照药材溶液。

2.1.3 取龙胆苦苷对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.1.4 取缺龙胆的热毒清滴眼液同法制成阴性对照溶液。

2.1.5 吸取上述 4 种溶液各 4 μL,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 GF254 薄层板上,以醋酸乙酯-甲醇-水(20:2:1)展开,展距为 12 cm,取出,晾干,于紫外灯(254 nm)下检视。供试品色谱中,供试品溶液在与对照品和对照药材色谱相应的位置上,显相同的红紫色斑点,阴性对照溶液没有相对应斑点。

2.2 盐酸小檗碱的含量测定

2.2.1 对照品贮备液的制备 精密称取盐酸小檗碱对照品适量,加 0.05 mol/L 的硫酸溶液溶解,制成 2 mg/mL 的对照品贮备液。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密吸取 1 mL 热毒清滴眼液,加于已处理好的氧化铝柱(玻璃柱,内径约 9 mm,中性氧化铝 5 g,湿法装柱,用乙醇约 30 mL 预洗)上,用乙醇 30 mL 分次洗脱,收集洗脱液于 50 mL 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀。精密吸取 1 mL 至 10 mL 量瓶中,加 0.05 mol/L 的硫酸溶液至刻度,摇匀即得。

2.2.3 阴性对照品溶液的制备 取缺黄连的热毒清滴眼液按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。

2.2.4 测定波长的确定 精密吸取对照品贮备液适量,加 0.05 mol/L 的硫酸溶液稀释至浓度为 8 μg/mL 的对照品溶液。另取供试品溶液、阴性对照品溶液,以 0.05 mol/L 的硫酸溶液作空白,在波长 300 ~ 400 nm 内扫描,结果显示盐酸小檗碱在波长 345 nm 处有最大吸收,而阴性对照在此波长无吸收。

2.2.5 标准曲线的绘制 精密吸取对照品贮备液适量,加

0.05 mol/L 的硫酸溶液稀释至浓度为 400 μg/mL 的对照品溶液,分别吸取溶液 1、2、3、4、5 mL 置 100 mL 量瓶中,加 0.05 mol/L 的硫酸溶液至刻度,摇匀,于 345 nm 波长处测定溶液的吸光度。得回归方程为 $C = 0.0189A + 0.0011$ ($r = 0.9999$),线性浓度范围为 4 ~ 20 μg/mL。

2.2.6 样品测定 取 3 批样品,照供试品溶液制备,分别在 345 nm 波长处测定,结果见表 1。

表 1 样品中盐酸小檗碱的含量($n = 4$)

批号	含量 (mg/mL)	RSD (%)
20021117	5.71	0.90
20021207	6.10	0.72
20030121	5.73	0.51
20030221	5.92	0.67

2.2.7 精密度的试验 精密吸取对照品贮备液 5 份,在 345 nm 波长处测定吸光度,根据回归方程计算浓度,结果平均浓度为 1.99 mg/mL, RSD = 0.5%,表明精密度良好。

2.2.8 回收率试验 精密吸取已测得盐酸小檗碱含量(实际含量为 5.73 mg/mL)的样品各 1 mL,分别加入精密吸取的对照品贮备液 1 mL(相当于盐酸小檗碱 1.99 mg),照供试品溶液制备,测得吸光度,得平均回收率为 100.4%, RSD 为 0.93% ($n = 6$)。结果见表 2。

表 2 样品中盐酸小檗碱的回收率试验结果($n = 6$)

编号	投入量 (mg)	测定量 (%)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	5.73	7.77	100.6		
2	5.74	7.67	99.2		
3	5.77	7.60	97.9	99.5	1.58
4	5.71	7.79	101.2		
5	5.75	7.80	100.8		
6	5.72	7.52	97.5		

注:对照品加入量均为 1.99 mg

Note: The amount of reference substance added was 1.99 mg

2.2.9 稳定性试验 将待测溶液置室温下放置 0.5、1、2、3、4 h 测定,吸光度基本无变化。

3 讨论

3.1 通过对 4 批热毒清滴眼液中盐酸小檗碱含量的测定可以看出,虽然批次之间有一定的差异,但能为该制剂中盐酸小檗碱最低限量提供依据。

3.2 本实验波长选定在 345 nm 处,测得吸光度重复性较好,其他组分干扰较小,主要是由于热毒清滴眼液处方中的药味较少,且由于滴眼液对药物的澄明度要求较高,生产中经过多道精提工艺,所以采用分光光度法方法简便、计算方便,可作为控制本制剂质量标准的有效手段。

收稿日期:2003-06-23