

舒康贴膏中愈创木酚 GC 鉴别的研究

唐登峰¹, 李萌², 张鹏³ (1.浙江省食品药品检验所, 杭州 310004; 2.杭州民生药业有限公司, 杭州 310011; 3.浙江中医药大学药学院, 杭州 310053)

摘要: 目的 建立舒康贴膏中愈创木酚 GC 鉴别方法。方法 采用 GC 对舒康贴膏中的愈创木酚进行定性鉴别, 色谱柱以聚 5%二苯基-95%二甲基硅烷为固定相, 起始温度 50 ℃, 保持 5 min, 以每分钟 10 ℃程序升温至 220 ℃。结果 愈创木酚在 GC 色谱图中无干扰, 分离良好。结论 该方法简单、重复性好, 可作为该制剂的鉴别方法。

关键词: 愈创木酚; 山楂核精; 舒康贴膏; 气相色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)05-0450-02

Studies on the GC Identification of Guaiacol in the Shukang Adhesive Plasters

TANG Dengfeng¹, LI Meng², ZHANG Peng³ (1.Zhejiang Institute for Food and Drug Control, Hangzhou 310004, China; 2. Hangzhou Minsheng Pharmaceutical Co. Ltd, Hangzhou 310011, China; 3.Zhejiang University of Traditional Chinese Medicine, Hangzhou 310053, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish the GC identification method of guaiacol in the Shukang adhesive plasters. **METHODS** The method was applied to identify guaiacol in the extractum kernel crataegi by GC. A column (30 m×0.25 mm, 0.25 μm) packed with 5% phenyl 95% methyl polysiloxane as the liquid phase on the solid support. The column temperature is set at 50 ℃ and hold for 5 min for injection, then programmed at 10 ℃·min⁻¹ to 220 ℃; splitless injection. **RESULTS** Guaiacol in the extractum kernel crataegi could be identified by GC. **CONCLUSION** The GC methods are simple and reproducible, and can be used for the identification of the plasters.

KEY WORDS: guaiacol; the extractum kernel crataegi; Shukang adhesive plasters; GC

舒康贴膏舒康贴膏为山楂核精经加工制成的橡胶膏剂, 它的现行质量标准收载于卫生部新药转正标准第 11 册 [标准编号为 WS3-045(Z-13)-95-(Z)]。具有活血, 化瘀, 止痛的功效, 用于软组织闭合性急性损伤和慢性劳损。但多年以来标准中对于本制剂仅有性状鉴别、试管反应和和贴膏剂项下的常规检查, 质量标准不够完善, 难以有效控制该品种的质量。

山楂核精系由山里红 *Crataegus pinnatifids* Bnge var. major N.E.Br. 的核经干馏和精馏分离而得的油状液体, 所含的成分复杂, 基本为低极性的有机小分子, 它们大部分为呋喃类和酚类化合物。一般含有愈创木酚、呋喃甲醛、苯酚以及由一个或数个甲基、乙基取代而形成的苯酚类衍生物、有机酸等^[1-2]。舒康贴膏为橡胶膏剂, 其基质成分复杂, 基本组成为橡胶、凡士林、液状石蜡、松香、羊毛脂、氧化锌以及汽油等溶剂油组成^[3]。

本研究在参考相关文献的基础上, 建立了舒康贴膏的定性鉴别方法, 为该制剂质量标准的建立提供了可行的方法及依据。

1 仪器与试剂

Aglient 6890 型气相色谱仪, FID 检测器; 愈

创木酚对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 111510-200202, 供含量测定用); 舒康贴膏(杭州百利药业有限公司, 批号: 20050301, 20050303, 20050304), 方法学考察选用样品的批号: 20050301; 试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: 固定液为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷的弹性石英毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm), 程序升温, 初始温度 50 ℃, 保持 5 min, 以每分钟 10 ℃的速率升温至 220 ℃; 不分流进样。

2.2 对照品溶液的制备

取愈创木酚对照品, 加乙酸乙酯制成 20 μg·mL⁻¹ 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取本品 7 cm×20 cm, 除去盖衬, 平展贴于医用纱布上, 剪切成小片, 置具塞锥形瓶中, 加入 5%氢氧化钠溶液 40 mL, 超声处理 30 min, 放冷, 倾出液体, 边振摇边滴加盐酸, 调节 pH 值至 5~6, 转移置 500 mL 圆底烧瓶中, 连接挥发油测定器, 自测定器上端加水使充满刻度部分, 并溢流入烧

作者简介: 唐登峰, 男, 硕士生 Tel: (0571)86459414 E-mail: tdfeng2006@hotmail.com

瓶为止, 再加乙酸乙酯 1 mL, 微沸回流 30 min, 放冷, 分取乙酸乙酯层, 作为供试品溶液。

2.4 样品测定

分别取供试品溶液和对照品溶液各 1 μ L, 注入

气相色谱仪。对 3 批样品进行检测, 样品色谱图中均呈现与对照品保留时间相同的色谱峰, 阴性制剂则无干扰。3 批样品的分离度均为 3.9, 符合规定; 方法检测限为 3.53 ng。见图 1。

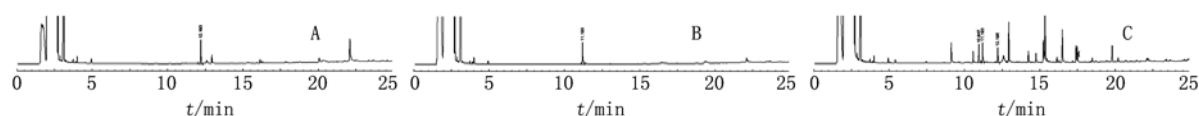


图 1 舒康贴膏 GC 鉴别色谱图

A-不含山楂核精的阴性制剂; B-愈创木酚对照品; C-供试品

Fig 1 Identification GC of the Shukang adhesive plasters

A-sample without the extractum kernel crataegi; B-reference drug of guaiacol; C-sample

3 讨论

3.1 检测方法的选择

山楂核精制成的舒康贴膏中含有的愈创木酚含量较低, 对其鉴别多受其基质的挟裹和干扰的影响。使用不同的提取方法、展开剂和显色方法, 样品在薄层板上均不能得到很好的分离和明显的斑点。虽然已有高效液相色谱方法测定愈创木酚的文献报道^[4], 但由于橡胶膏基质的影响, 难以对样品进行前处理, 色谱中难以得到合适的分离条件; 而通过挥发油提取富集, 且气相色谱法对愈创木酚具有较高的选择性和较好的分离效果, 故选择气相色谱法作为鉴别方法。

3.2 提取方法的选择

根据愈创木酚的性质, 考察了样品经过不同的前处理方法以及相应的结果, 见表 1。根据试验结果最终选择调节 pH 值为 5~6 进行挥发油提取。

表 1 不同的处理方法与相应的测定结果

Tab 1 Different processing method and it's results

方法	前处理部分步骤	愈创木酚峰面积
1	加水超声后直接进行挥发油提取	未检出
2	直接乙醇超声提取	未检出
3	5%氢氧化钠提后调节 pH 值为 2~3, 再进行挥发油提取	80.1
4	5%氢氧化钠提后调节 pH 值为 5~6, 再进行挥发油提取	74.4
5	5%氢氧化钠提后调节 pH 值为 9~10, 再进行挥发油提取	20.6

3.3 色谱柱的比较

比较了相同固定相不同批号的色谱柱(Agilent 19091J-413 HP-5 色谱柱, 固定相为聚 5%二苯基-95%二甲基硅烷); 以及不同固定相的色谱柱:

Agilent DB-1701 色谱柱[固定相为(14%氰丙基苯基)甲基聚硅氧烷]、Agilent 19091N-133 色谱柱(固定相为聚乙二醇-20M), 供试品溶液中愈创木酚色谱峰均能得到较好的分离, 相应的阴性制剂色谱图中均无干扰。在色谱柱 DB-1(固定相为二甲基聚硅氧烷)和色谱柱 DB-624(固定相为聚 6%氰丙基苯基-94%二甲基硅氧烷)的供试品色谱图中, 样品分离度不好。

3.4 耐用性验证

对气相色谱方法进行了耐用性考察, 考察的内容有: 进样口和检测器的温度均同时提高和降低 20 $^{\circ}$ C; 程序升温过程中升温速率提高为 15 $^{\circ}$ C $\cdot$ min⁻¹; 程序升温过程中升温速率降低为 8 $^{\circ}$ C $\cdot$ min⁻¹; 初始柱温升高 20 $^{\circ}$ C; 进样方式改为分流进样, 分流比为 2:1 以及 5:1; 载气流速分别升高和降低 0.2 mL $\cdot$ min⁻¹等, 在上述条件变动时, 愈创木酚色谱峰均能得到很好的分离, 相应的阴性制剂色谱图中均无干扰的色谱峰, 认为该气相色谱的鉴别方法可行。

REFERENCES

- [1] HUANG R Q, XIONG J F, SHI J D, et al. Studies on the dry desitilation oli of Hawthorn's seeds by GC-MS [J]. J Chin Med Mater (中药材), 1998, 29 (1): 25-26.
- [2] SUN Q Q, ZHANG Y L, SUN L. Analysis the chemical components of red kernel disinfection [J]. Chin J Disinfect (中国消毒学杂志), 2004, 21 (4): 376-377.
- [3] Ch.P(2005)Vol I (中国药典 2005 年版.一部)[S]. 2005: Appendix 9.
- [4] HUANG W, ZHAO C. Determination of guaiacol in Shukang gel with HPLC [J]. Lishizhen Med Mater Med Res (时珍国医国药), 2001, 12 (6): 500-501.

收稿日期: 2009-11-13