

HPLC 法测定消炎灵片中异秦皮啶的含量

谢 东, 温尚开 (广西壮族自治区药品检验所, 南宁 530021)

摘要: 以高效液相色谱法测定了消炎灵片中异秦皮啶的含量, 平均回收率为 99.4%, *RSD* 为 1.32% ($n=5$)。方法简便, 可靠, 可作为本品质量控制标准。

关键词: 消炎灵片; 异秦皮啶

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2001)05-0004-02

Determination of Isofraxidin in Xiaoyanling Tablets by HPLC

XIE Dong, WEN Shang-kai

(Guangxi Institute for Drug Control, Nanning, 530021)

Abstract: The quantitative determination of isofraxidin in Xiaoyanling tablets was established by HPLC method. HPLC conditions as follows: column: Intersil ODS-3 (5 μ m, 4.6mm $\times$ 250mm), mobile phase: CH₃CN-0.1% phosphorus acid solution (20:80). The average recovery and relative standard deviation were 99.4% and 1.32% ($n=5$) respectively. The method was convenience and reliable.

Key words: Xiaoyanling Tablet; Isofraxidin

消炎灵片是由肿节风、苦玄参、千里光、毛冬青、甘草等药味经提取加工而制成, 收载于部颁标准《中药成方制剂》第八册, 具有清热解毒, 消肿止痛之功效, 用于呼吸道炎, 支气管炎, 鼻炎, 咽喉炎, 扁桃体炎, 细菌性痢疾及慢性胆囊炎。原标准较简单, 无定性定量指标以控制本品质量, 肿节风(金粟兰科植物草珊瑚 *Sarcandra glabra* (Thunb.) Nakai 的干燥全草)为方中主药, 异秦皮啶为其主要成分, 文献报道, 异秦皮啶具有抗肿瘤活性^[1]。本文以异秦皮啶为指标, 采用 HPLC 法, 建立专属性含量测定方法, 可作为本品质量控制指标。

1 仪器、试剂与样品

tSP P4000 泵, UV6000LP 二极管阵列检测器, AS1000 自动进样器, SN4000 系统控制器; IBM PC300GL 电子计算机; MILLI-Q Labo 超纯水处理器。

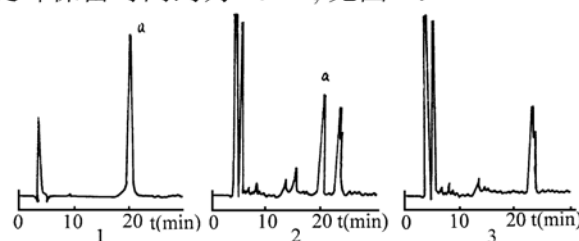
异秦皮啶对照品: 中国药品生物制品检定所提供, 经纯度检测符合定量测定要求, 纯度为 98.75%。

乙腈为色谱纯, 水为高纯水, 其它试剂均为分析纯。消炎灵片样品: 广西南宁市维威制药有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Inertsil ODS-3 柱(5 μ m, 4.

6mm $\times$ 250mm); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸溶液 (20:80), 流速: 0.8ml/min; 检测波长: 343nm。理论板数为 6000 以上, 进样量为 10 μ l。在以上色谱条件下, 异秦皮啶峰保留时间约为 20min, 见图 1。



1. 异秦皮啶对照品 2. 消炎灵片样品
3. 阴性对照 a. 异秦皮啶峰

图 1 色谱图

2.2 供试品溶液的制备 取本品 20 片, 去除糖衣, 精密称定重量, 研细, 取 0.5g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加甲醇适量, 回流提取 6h, 提取液适当减压浓缩, 移置 25ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

对照品溶液的制备 精密称取五氧化二磷干燥至恒重的异秦皮啶对照品 10.9mg, 置 250ml 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 线性关系考察 分别精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 5, 10ml, 分别置 25ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 进行测定。以对照品进样量为纵坐标, 峰面积积分值为横坐标绘制标准曲线, 结果异秦皮啶

在进样量 $0.035 \sim 0.349 \mu\text{g} \cdot 10\text{mL}^{-1}$ 范围内呈良好的线性关系。回归方程为

$$Y = 5.7579 \times 10^{-8} X - 4.6856 \times 10^{-3}, r = 0.9999。$$

2.4 精密度试验 对同一异秦皮啉对照品溶液, 连续测定5次, 结论其峰面积值的 RSD 为 0.85% 。

2.5 重现性试验 对同一批样品, 分别取5份, 同法提取, 依法测定, 结果含量平均为 $0.088\text{mg} \cdot \text{片}^{-1}$, $RSD = 2.5\%$ 。

2.6 稳定性考察 对同一供试品溶液, 每隔2h测定一次, 共测定5次, 结果 RSD 为 3.1% , 表明稳定性良好。

2.7 加样回收率测定 精密称取已知含量的本品粉末 0.25g , 精密添加异秦皮啉对照品, 按供试品溶液制备项下的方法提取, 测定, 结果平均回收率为 99.4% , $RSD = 1.32\%$ 。

2.8 干扰试验 按处方比例, 取缺肿节风的其余药材, 依法制成阴性样品, 按供试品溶液制备项下的方法提取, 测定。结果在异秦皮啉相应的保留时间无吸收峰, 表明处方中其它成分对测定无影响(见图1)。

2.9 样品测定 按上述色谱条件, 依法进样测定, 结果见表1。

表1 样品测定结果

批号	含量($\text{mg} \cdot \text{片}^{-1}$)	$RSD(\%)$
000425	0.088	1.21
000426	0.092	0.67
000427	0.076	0.79

注: 本品去糖衣后每片重约 0.10g 。

3 讨论

肿节风为方中主药, 具有抗菌消炎, 祛风除湿, 活血止痛功效, 可用于肺炎, 急性蜂窝组织炎, 风湿痹痛, 跌打损伤, 肿瘤^[2], 异秦皮啉为其主要成分。本文曾参考文献^[3], 以水溶解, 放置过夜, 超声处理, 再以氯仿萃取, 结果形成乳化, 不易分层; 也曾试验以氯仿、醋酸乙酯加热回流提取, 但提取时易板结, 且较难提取完全, 加硅藻土混匀后提取也不易提取完全, 故利用异秦定啉易溶于甲醇的性质, 选用甲醇以索氏提取法提取。

参考文献:

- [1] 王爱琴, 谢平, 易扬华. 肿节风中香豆精类成分的研究[J]. 中草药, 1983, 14(6): 37.
- [2] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 179.
- [3] 周国平, 刘红宇, 王汉章, 等. 肿节风中异秦皮啉含量的HPLC法测定[J]. 中国中药杂志, 1999, 24(8): 481-482.