# HPLC 法测定消炎灵颗粒中异秦皮啶

竺平晖

(舟山市普陀区人民医院,浙江 舟山 316100)

消炎灵颗粒是由肿节风、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《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 8 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。原标准无定性定量指标。肿节风为方中主药,异秦皮啶为其主要成分,因此,本实验以异秦皮啶为指标,建立 HPLC 测定方法,用于本品质量控制。

## 1 仪器和试剂

日本岛津 LC—10Avp 高效液相色谱仪,SPD—10A 紫外检测器,N2000 色谱工作站;CQ250 型超声波仪(上海音波声电仪器厂);0.45 μm 微孔滤膜(上海医药工业研究院)。甲醇为色谱纯;异秦皮啶对照品购自中国药品生物制品检定所。消炎灵颗粒(自制,4 g/袋)。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Kromasil $C_{18}$柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.1%磷酸(15∶85);检测波长:343 nm;体积流量:1 mL/min;柱温:常温。

2.2 对照品溶液的制备:取装量差异项下的本品,研细,取约 2 g,精密称定,加氯仿 100 mL,索氏提取器中,加热回流 6 h,放冷,补足质量,精密移取氯仿液 10 mL,水浴蒸干,残渣加甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.3 阴性供试品溶液的制备:按消炎灵颗粒处方,舍去肿节风,余药经提取加工而制成。按供试品溶液的制备方法制备阴性供试品溶液。

2.4 空白试验:按上述色谱条件分析。与对照品相应的位置上,阴性供试品溶液无明显其他峰出现。结果表明阴性样品对该试验无干扰。见图 1。

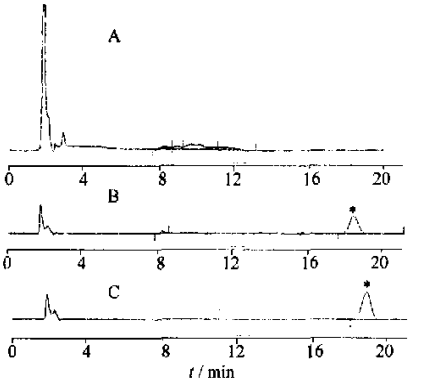


图 1 异秦皮啶对照品(A)、消炎灵颗粒(B)和缺肿节风的阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of isofraxidin reference substance (A), Xiaoyanling Granule (B), and negative sample (C)

2.5 线性范围考察:精密称取异秦皮啶对照品 2.19 mg,置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 1.0 mL 至 20 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。精密量取 5、10、15、20、25、30 μL 注入液相色谱仪,记录色谱图。以峰面积积分值为纵坐标,进样量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程为 $Y=3\,402\,200\,X+847.133\,3$, $r=0.999\,8$。结果显示异秦皮啶在 0.021 9~0.131 4 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验:取异秦皮啶对照品溶液(4.38 μg/mL)连续进样 6 次,记录峰面积,计算,结果异嗪吡啶峰面积的 RSD 为 1.5%。

2.7 稳定性试验:取供试品溶液分别于 0、2、4、8 h,进样测定,计算,结果异秦皮啶的峰面积的 RSD 为 2.83%。

2.8 重现性试验:对同一批样品平行取样 6 次,制备供试品溶液,进样测定,结果异嗪吡啶峰面积的 RSD 为 1.31%。

2.9 加样回收试验:取本品装量差异项下颗粒,研细,取约 1 g,精密称定,共 6 份,添加 0.105 mg/mL 异嗪吡啶对照品 1 mL,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果平均回收率为 97.45%,RSD 为 1.35%。

收稿日期:2005-10-20

2.10 样品测定：取样品制备供试品溶液，依上述色谱条件测定，3 批样品中异嗪皮啶的测定结果见表 1。

表 1 消炎灵颗粒中异嗪皮啶的测定结果 ($n$=3)

Table 1 Contents of isofraxidin in Xiaoyanling Granules ($n$=3)

| 批 号 | 异嗪皮啶/(mg·袋$^{-1}$) |
|---|---|
| 050303 | 0.528 6 |
| 050304 | 0.518 5 |
| 050305 | 0.551 3 |

## 3 讨论

3.1 提取方法选择：取装量差异项下的本品，研细，取约 2 g，精密称定，①置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 100 mL，称定质量，超声提取 40 min，放冷，补足质量，滤过，取续滤液，即得；②置具塞锥形瓶中，精密加入氯仿 100 mL，称定质量，超声提取 40 min 放冷，补足质量，滤过，取续滤液，即得；③置索氏提取器中，加氯仿 100 mL，加热回流 6 h，放冷，精密移取氯仿液 10 mL，水浴蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得；④置 150 mL 三角瓶中，加水 100 mL 超声使溶解，转移至分液漏斗中，用氯仿萃取 4 次(50、30、20、20 mL)，合并氯仿液，回收至干，残渣加甲醇溶解转移至 100 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得；另取异嗪皮啶对照品，加甲醇配制成 4 μg/mL 的溶液，作为对照品溶液；精密量取 20 μL 注入液相色谱仪，计算，结果异嗪皮啶的质量分数分别为 0.547 8、0.468 6、0.552 6、0.510 2 mg/袋。结果表明，3 法杂质干扰较大，供试品进样后，在 100 min 时均还有杂质峰出来；③法提取异嗪皮啶提取率较高，基本消除了其他杂质的干扰，供试品在采集 20 min 时，已经没有其他成分出峰，色谱条件分离良好，故选择其作为提取方法。

3.2 提取时间选择：取装量差异项下的本品，研细，取约 2 g，精密称定，置索氏提取器中，加氯仿 100 mL，加热回流 2、4、6、8 h，放冷，精密移取氯仿液 10 mL，水浴蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。另取异嗪皮啶对照品，加甲醇配制成 4 μg/mL 的溶液，作为对照品溶液；取前述溶液 20 μL 注入液相色谱仪，记录色谱图，计算，结果异嗪皮啶的质量分数分别为 0.405 7、0.471 2、0.476 2、0.476 9 mg/袋。结果表明，加热回流提取 6 h 已可较完全的提取异嗪皮啶。

3.3 流动相的选择：试验了乙腈-0.1%磷酸溶液(20∶80)、(15∶85)的比例，结果当乙腈与 0.1%磷酸溶液的比例为 15∶85 时，异嗪皮啶保留时间适中，峰形可以，与周围杂质峰分离较好。

# 微波辅助提取白芍的工艺研究

黄天辉[1]，沈平嬗[2]，沈永嘉[1]

(1. 华东理工大学精细化工研究所，上海 200237；2. 国家中药制药工程技术研究中心，上海 201203)

白芍为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall 的干燥根，性微寒、味苦酸。白芍的有效成分主要为芍药苷。药理研究表明芍药苷有抗炎、免疫调节、抗病毒、抗氧化、保肝护肝、心血管调节等作用[1]。白芍中芍药苷的传统提取工艺为水提或醇加热回流提取法[2,3]。这些工艺的不足在于提取时间长、消耗能源大。微波辅助提取法将微波辐射与溶剂萃取结合起来，具有提取时间短、溶剂用量少、提取成本低等优点[4]。近年来，微波辅助提取法在提取中草药的有效成分中日趋活跃，是一种有潜力的新方法。将微波辅助提取法用于白芍中芍药苷的提取，有望推动该生产工艺的升级换代。

## 1 材料

1.1 仪器：惠而浦 VIP272 微波萃取器(国家中药制药工程技术研究中心)；R—501 旋转蒸发仪(上海申胜生物技术有限公司)；ZX—4A 旋片真空泵(上海真空泵有限公司)；ZK 82J 型电热真空干燥箱(上海实验仪器总厂)；Waters 510 型高效液相色谱仪(美国 Waters 公司)。

1.2 材料：白芍饮片购自上海康桥中药饮片有限公

收稿日期：2005-10-07
基金项目：国家重点科技攻关项目(999290214)
作者简介：黄天辉(1969—)，男，华东理工大学精细化工研究所博士研究生，主要从事中草药的研究与开发。
Tel：(021) 64252967 E-mail：yjshen@ecust.edu.cn