

肿节风滴丸的质量标准研究

刘根才, 戴德雄, 李金和*

(浙江维康药业有限公司, 浙江 丽水 323000)

摘要: 目的 建立肿节风滴丸的质量控制方法。方法 采用理化鉴别和薄层色谱进行定性鉴别, 采用高效液相色谱法对制剂中异秦皮啶进行测定。结果 异秦皮啶在 1.3~9.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 与峰面积呈良好的线性关系。平均回收率为 99.10%, RSD 为 0.45%。结论 本方法操作简便, 可用于肿节风滴丸的质量控制。

关键词: 肿节风滴丸; 质量标准; 异秦皮啶; 高效液相色谱法

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2010)08-1303-02

肿节风为金粟兰科多年生草本植物草珊瑚 *Sarcandra glabra* (Thunb.) Nakai 的地上部分或全草, 又名九节兰, 主要成分有挥发油、琥珀酸、延胡索酸、香豆酮、黄酮苷、脂苷、鼠李葡萄糖苷、内酯、鞣酸等^[1,2]。肿节风具有清热凉血、活血消斑、祛风通络等功效, 中医临床用于治疗急性扁桃体炎、病毒性肝炎、创伤感染、软组织损伤、骨折、类风湿关节炎、增生性脊柱炎等。此外, 还用于多种细菌感染、湿虫病、多种口腔性反应、风湿、类风湿、冠心病、跌打损伤等^[3]。本公司开发了肿节风滴丸。本实验通过对肿节风滴丸的质量控制进行研究, 建立了肿节风滴丸可行、可靠的质量控制方法。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, BS124S 型电子天平, ZB-1D 型智能崩解仪, USC-502 型超声波清洗器, ZF-2 三用紫外分析仪; 肿节风对照药材、异秦皮啶对照品均由中国药品生物制品检定所提供, 色谱乙腈、色谱甲醇、水为超纯水, 其余试剂均为分析纯。肿节风滴丸由本公司提供。

2 方法与结果

2.1 理化鉴别: 取本品 1 袋, 研细, 取粉末 0.3 g, 置试管中, 加少量锌粉与 0.5% 氯化铵溶液 2 滴, 微火加热至干, 将用含 5% 对二甲氨基苯甲醛和 20% 三氯醋酸的苯溶液浸润过的滤纸小片盖在试管口上, 断续微火加热约 1 min, 滤纸上显粉红色至紫色的斑点。

2.2 薄层色谱鉴别: 取本品 1 袋, 研细, 加甲醇 5 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。另取肿节风对照药材 2 g, 加水 50 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液用醋酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 25 mL, 合并醋酸乙酯提取液, 蒸干, 残渣加甲

醇 1 mL 使溶解, 作为对照药材溶液。再取异秦皮啶对照品, 加甲醇制成 0.5 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版附录 VI B) 试验, 吸取上述 3 种溶液各 10 μL , 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(9:4:1) 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, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点; 置氨蒸气中熏 10 min, 与对照品色谱对应的斑点变成黄绿色。

2.3 异秦皮啶的 HPLC 法测定

2.3.1 色谱条件: Diamonsil C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸溶液(20:80); 体积流量 1 mL/min; 检测波长 344 nm; 柱温: 室温; 进样量 20 μL 。

2.3.2 对照品溶液的制备: 取异秦皮啶对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液, 即得。

2.3.3 供试品溶液的制备: 取装量差异项下的本品, 研细, 取 150 mg, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 密塞, 称定质量, 超声提取 50 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为供试品溶液。

2.3.4 阴性对照溶液的制备: 按工艺制备缺肿节风药材的滴丸, 按照供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.3.5 系统适应性试验: 分别取对照品溶液、阴性对照溶液和供试品溶液进样, 得色谱图, 结果基线平稳, 辅料、杂质对测定无干扰。

2.3.6 线性关系考察: 精密吸取 4.85 mg/mL 异秦皮啶对照品溶液 0.25、0.6、1、1.3、1.7、2.0 mL 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 精密吸取 20 μL ,

* 收稿日期: 2010-01-23

注入色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,拟合回归方程,得回归方程 $A = 143.12C - 2.9707$ ($R^2 = 0.999$),说明异秦皮啶在 $1.3 \sim 9.7 \mu\text{g/mL}$ 与峰面积呈良好的线性关系。

2.3.7 精密度试验:精密吸取 4.85 mg/mL 异秦皮啶对照品溶液 $20 \mu\text{L}$,在上述色谱条件下连续进样 6 次,测定峰面积。结果表明峰面积的 RSD 为 0.48% 。

2.3.8 稳定性试验:取同一供试品溶液,分别于 0、2、4、8、12 h 进样 $20 \mu\text{L}$,测定样品异秦皮啶峰面积。结果样品中异秦皮啶峰面积的 RSD 为 0.93% ,表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.3.9 重现性试验:对同一批样品分别取样 5 份,制备供试品溶液,在上述的色谱条件下测定,计算异秦皮啶的质量分数。结果表明样品中异秦皮啶质量分数的 RSD 为 0.70% 。

2.3.10 回收率试验:精密称取含异秦皮啶 0.703 mg/g 样品 5 份,分别精密加入 $4.01 \mu\text{g/mL}$ 异秦皮啶对照品溶液 2.5 mL ,制备供试品溶液,按上述色谱条件依法测定异秦皮啶峰面积,计算回收率,结果平均回收率为 99.10% ,RSD 为 0.45% 。

2.3.11 样品测定:按照上述测定方法,分别对 3 批

样品进行测定,结果见表 1。

表 1 肿节风滴丸中异秦皮啶的测定结果

Table 1 Determination of isofraxidine in Zhongjiefeng Dropping Pills

批号	异秦皮啶/($\text{mg} \cdot \text{袋}^{-1}$)
20091201	2.12
20091202	2.04
20091203	2.08

3 讨论

肿节风滴丸以肿节风药材的水提取物入药,其含有多种有效成分,而异秦皮啶为主要的有效成分之一,故本方法以异秦皮啶为检测指标,建立的方法简便易行,精密度高,重现性好,其他成分不干扰异秦皮啶峰,能有效地控制制剂中异秦皮啶。

波长的选择^[4]:取异秦皮啶对照品溶液,用日本岛津紫外分光光度计在 $190 \sim 400 \text{ nm}$ 波长扫描,异秦皮啶的最大吸收峰为 344 nm ,因此选择 344 nm 为检测波长。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005
- [2] 童胜强,黄娟,王冰岚,等. 肿节风化学成分的研究[J]. 中草药, 2010, 41(2): 198-201
- [3] 晏马成,杨颖. 肿节风胶囊的工艺研究及质量控制[J]. 中国实用医药, 2008, 3(4): 109-110
- [4] 竺平晖. HPLC 法测定消炎灵颗粒中异秦皮啶[J]. 中草药, 2006 37(6): 877-878

郑重声明

天津中草药杂志社(出版《中草药》、*Chinese Herbal Medicines* (CHM)、《现代药物与临床》、《药物评价研究》4 本期刊)未与任何单位或个人签署版面合作及论文代理发表协议,凡是以天津中草药杂志社及其所属期刊的名义进行的版面合作及论文代理发表等非法活动,均严重侵害了天津中草药杂志社的合法权益,天津中草药杂志社保留对其采取法律行动的权利,特此郑重声明。

希望广大作者、读者认准天津中草药杂志社门户网站“www.中草药杂志社.中国或 www.tiprpress.com”,切勿上当受骗;若发现假冒天津中草药杂志社及所属期刊的情况,请检举揭发。

电话: (022) 27474913 E-mail: zcy@tiprpress.com