

老慢清糖浆中异秦皮啶的含量测定

唐德智(广西南宁食品药品检验所, 南宁 530001)

摘要: 目的 建立老慢清糖浆中异秦皮啶的含量测定方法。方法 采用反相高效液相色谱法。色谱柱: Shim-pack VP-ODS C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈-0.2%磷酸(19:81), 检测波长: 344 nm, 流速: 1.0 mL·min⁻¹, 柱温: 30 ℃。结果 异秦皮啶在 0.214~1.922 μg 内线性关系良好, 相关系数 $r=0.9999$, 平均回收率为 99.1%, RSD=1.2%($n=9$)。结论 该方法简便、准确、重复性好, 可用于老慢清糖浆的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 老慢清糖浆; 异秦皮啶

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)05-0431-03

Determination of Isofraxidin in Laomanqing Syrup

TANG Dezhi(Nanning Institute for Food and Drug Control of Guangxi, Nanning 530001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the quantity of isofraxidin in Laomanqing syrup. **METHODS** RP-HPLC was used. Chromatographic conditions: Shim-pack VP-ODS C₁₈ column (250 mm×4.6mm, 5 μm), the mobile phase consisted of acetonitrile-0.2% phosphoric acid aqueous solution(19:81), the flow rate 1.0 mL·min⁻¹, the detective wavelength 344 nm and column temperature 30 ℃. **RESULTS** The calibration curve was linear in the range of 0.214–1.922 μg for the isofraxidin ($r=0.9999$). The average recovery was 99.1% and the RSD was 1.2% ($n=9$). **CONCLUSION** The method is simple and accurate with good repeatability, which may be used for the quality control of Laomanqing syrup.

KEY WORDS: HPLC; Laomanqing syrup; isofraxidin

老慢清糖浆是医院制剂, 是由肿节风、橘红、鱼腥草、上莲下柳、桔梗、一七莲等中药材经加工提取后制成的中药复方制剂, 具有清肺润肺, 止咳化痰的功效。临床上用于治疗老年性支气管炎, 感冒引起的咳嗽。方中肿节风为主药, 所占比例较大, 其主要有效成分为异秦皮啶^[1]。原质量标准简单, 无含量测定项目。本试验采用HPLC测定该制剂中异秦皮啶的含量。方法学研究表明, 该方法简便、准确, 重复性好, 可作为该制剂的质量控制方法。

1 仪器与试剂

LC-2010A HT高效液相色谱仪(日本岛津公司); 包括四元梯度泵、自动进样器、紫外检测器、色谱工作站; 日本岛津UV-1601紫外分光光度计; BP211D电子天平(德国塞多利斯公司)。

异秦皮啶对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110837-200304, 供含量测定用); 老慢清糖浆: 医院制剂(广西天等县人民医院制剂室, 批准文号: 桂药制字Z10060001, 批号: 20050915、20061020、20070913、20071012、20080324); 乙腈、磷酸为色谱纯, 水为超纯水, 其余试剂均为分析纯。

作者简介: 唐德智, 男, 主管中药师

Tel: (0771)3132340

E-mail: tangdz7497@163.com

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: 岛津Shim-pack VP-ODS C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.2%磷酸(19:81); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长: 344 nm; 柱温: 30 °C; 进样量: 10 μL。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取异秦皮啉对照品 10.68 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得 0.213 6 mg·mL⁻¹ 对照品贮备溶液。精密量取 5 mL 对照品贮备溶液置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取老慢清糖浆适量, 混匀, 精密量取 20 mL,

置分液漏斗中, 用三氯甲烷提取 5 次, 每次 25 mL, 合并三氯甲烷液, 蒸干, 残渣加甲醇适量使溶解并转移至 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 取续滤液, 即得供试品溶液。

2.4 阴性对照溶液的制备

取缺肿节风药材的阴性制剂 20.0 mL, 同“2.3”项下方法制备阴性对照溶液。

2.5 专属性试验

取上述对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定。结果供试品溶液在与异秦皮啉对照品相同保留时间处出现色谱峰, 而阴性对照液在与异秦皮啉相同保留时间处无色谱峰出现, 表明阴性对照无干扰。色谱图见图 1。

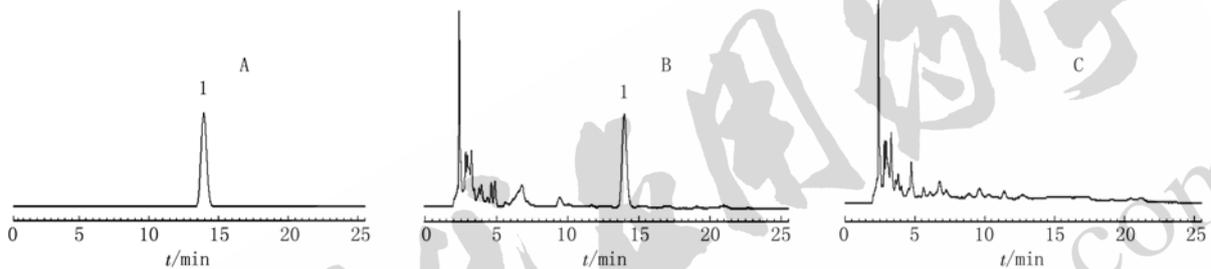


图 1 高效液相色谱图

A-对照品; B-供试品; C-阴性样品; 1-异秦皮啉

Fig 1 HPLC Chromatograms

A-standard; B-sample; C-blank sample; 1-Isofraxidin

2.6 线性关系考察

分别精密量取上述对照品贮备溶液 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0 mL 至 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别按“2.1”项下色谱条件进样 10 μL, 测定峰面积, 以峰面积为纵坐标, 以对照品进样量(μg)为横坐标绘制标准曲线, 回归方程为 $Y=2.467 \times 10^6 X+1.715 \times 10^4$, $r=0.999 9(n=5)$ 。表明异秦皮啉进样量在 0.214~1.922 μg 之间与峰面积呈良好线性关系。

2.7 精密度试验

2.7.1 仪器精密度试验 取对照品溶液, 按上述色谱条件, 重复进样 6 次, 测定峰面积, 结果 RSD=0.6%, 表明仪器精密度良好。

2.7.2 日间精密度试验 取供试品溶液(批号: 20070913), 按上述色谱条件, 连续测定 5 d, 以异秦皮啉峰面积计算日间精密度, 结果 RSD=1.7%, 符合方法学要求。

2.8 稳定性试验

取供试品溶液(批号: 20070913), 分别在 0, 2, 4, 6, 8, 12, 16, 24 h 各进样 1 次, 测定异秦皮啉的峰面积。结果 RSD=1.3%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.9 重复性试验

取同一批号供试品(批号: 20070913) 6 份, 每份 20 mL, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 测得异秦皮啉平均含量为 0.059 mg·mL⁻¹, RSD 为 1.2%。

2.10 回收率试验

精密量取已知含量的老慢清糖浆(批号: 20070913, 含量: 0.059 mg·mL⁻¹) 10 mL, 共 9 份, 每 3 份为 1 组, 按低、中、高 3 个量级分别加入异秦皮啉对照品适量, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 计算回收率。平均回收率为 99.1%, RSD 为 1.2%。结果见表 1。

表 1 回收率试验结果($n=9$)

Tab 1 Results of recovery test ($n=9$)

样品含量/mg	加入量/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
0.590	0.296	0.882	98.65		
0.590	0.296	0.885	99.66		
0.590	0.296	0.889	101.01		
0.590	0.591	1.175	98.98		
0.590	0.591	1.164	97.12	99.1	1.2
0.590	0.591	1.169	97.97		
0.590	0.887	1.483	100.68		
0.590	0.887	1.466	98.76		
0.590	0.887	1.471	99.32		

2.11 样品测定

取本品5批(批号: 20050915, 20061020, 20070913, 20071012, 20080324), 按“2.3”项下方法制备供试品溶液。分别吸取供试品溶液10 μL 、对照品溶液10 μL , 在上述色谱条件下进样, 测定峰面积, 按外标法以峰面积计算异秦皮啶的含量, 取3次测定的平均值, 结果见表2。

表 2 样品含量测定结果($n=3$)

Tab 2 The results of sample determination ($n=3$)

批号	异秦皮啶含量/ $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$	RSD/%
20050915	0.054	0.6
20061020	0.039	0.9
20070913	0.059	1.2
20071012	0.052	1.1
20080324	0.076	1.3

3 讨论

肿节风是该制剂的主药, 所占比例较大, 肿节风的主要有效成分为异秦皮啶。本实验参考有关文献^[2-6], 建立高效液相色谱法测定老慢清糖浆

中异秦皮啶含量的定量分析方法, 经考察, 方法简便, 结果准确, 重复性好, 可用于老慢清糖浆的质量控制。

3.1 检测波长的选择

取异秦皮啶对照品溶液, 在紫外分光光度计上于波长200~400 nm处扫描, 结果在344 nm处有最大吸收, 故以344 nm为检测波长。

3.2 提取方法的选择

在实验过程中, 采用水饱和正丁醇、乙酸乙酯、三氯甲烷等多种提取溶剂进行试验。结果表明, 采用三氯甲烷作为提取溶剂测得异秦皮啶含量较高。同时考察了提取次数, 结果表明, 采用三氯甲烷提取5次, 已能将异秦皮啶提取完全。在提取过程中为防止乳化现象, 应避免剧烈振摇。

REFERENCES

- [1] Ch.P (2005) Vol I (中国药典 2005 年版.一部) [S]. 2005: 153-154.
- [2] ZHAO C X, JIN J S, LI C S, et al. Determination of isofraxidin contents in Chiwujia oral liquid by TLC scanning [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 1998, 15(1): 41-42.
- [3] WANG G L, YAO L W, LIN R C. HPLC determination of fumaric acid and isofraxidin in Zhongjiefeng injection [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2005, 36(2): 216-217.
- [4] ZHANG J L, LUO W H, LI W G, et al. HPLC determination of content of fumaric acid and isofraxidin in compound Caoshanhu buccal tablets [J]. Chin J Pharm Anal (药物分析杂志), 2007, 27(9): 1471-1472.
- [5] HUANG Z Q, JIANG W Z, HUANG X Z, et al. Determination of isofraxidin contents in Zhongjiefeng buccal tablets by HPLC [J]. Chin Pharm (中国药业), 2007, 16(5): 19-20.
- [6] JIN P F. Determination of isofraxidin in Ciwujia injection by HPLC [J]. Chin Pharm (中国药业), 2009, 18(3): 9.