

# 高效液相色谱法测定复方拳参片中橙皮苷的含量

王海波\*, 宋汉敏, 李振国  
(河南省食品药品检验所, 郑州 450003)

**[摘要]** 目的: 建立复方拳参片中橙皮苷的高效液相色谱含量测定方法。方法:  $C_{18}$  色谱柱 Phenomenex Luna (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 30 °C, 流动相甲醇-醋酸-水 (35:4:61), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 283 nm。结果: 橙皮苷的线性范围为 104 ~ 1 040 ng, 平均加样回收率为 97.1% (n=6)。结论: 方法简便、准确, 可用于复方拳参片中橙皮苷的含量测定和产品质量控制。

**[关键词]** 复方拳参片; 橙皮苷; 高效液相色谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)14-0122-02

## Determination of Hesperidin in Fufang Quanshen Tablet by RP-HPLC

WANG Hai-bo\*, SONG Han-min, LI Zhen-guo  
(Henan Institute for Food and Drug Control, Zhengzhou 450003, China)

**[Abstract]** **Objective:** To develop an RP-HPLC method for determination of hesperidin in Fufang Quanshen tablet. **Method:** A Phenomenex Luna  $C_{18}$  column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was applied; a mobile phase composing of methanol-acetic acid-water (35:4:61) was used, and the flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; the UV detector was set at 283 nm. **Result:** The linear range of hesperidin was 104-1 040 ng, and the average recovery was 97.1% (n=6). **Conclusion:** A sensitive, simple RP-HPLC method was established for the determination of hesperidin in Fufang Quanshen tablet.

**[Key words]** Fufang Quanshen tablet; hesperidin; RP-HPLC

复方拳参片收载于卫生部药品标准《中药成方制剂》第十册, 由拳参、陈皮、白及、海螵蛸、延胡索等组成的复方制剂; 功能收剑止血、制酸止痛<sup>[1]</sup>。屈良斋报道复方拳参片可用于治疗胃十二指肠炎及溃疡<sup>[2]</sup>。刘彦明等测定了复方拳参片中微量元素含量<sup>[3]</sup>, 有关复方拳参片的质量控制未见报道。陈皮味辛、苦, 性温, 入脾、肺经, 具有“理气健脾, 燥湿化痰”的功效, 主要用于治疗消化系统和呼吸系统疾病, 为食管、胃十二指肠等消化道病症最常用的药物<sup>[4]</sup>。本研究建立了复方拳参片中橙皮苷的含量测定方法, 可用于复方拳参片的质量控制。

### 1 仪器与试剂

Waters 2695 高效液相色谱仪带 2487 紫外检测

器(美国 Waters 公司), KQ-200KDE 型超声波清洗器(昆山舒美超声仪器有限公司), Milli-Q Advantage A10 型超纯水机(默克密理博公司)。橙皮苷对照品, 批号 110721-201014, 购自中国食品药品检定研究院。甲醇为色谱纯(德国 Merck 公司), 水为超纯水, 临用新制, 其他试剂为分析纯。复方拳参片(批号 081201, 081202, 081203)均由河南羚锐制药股份有限公司生产。

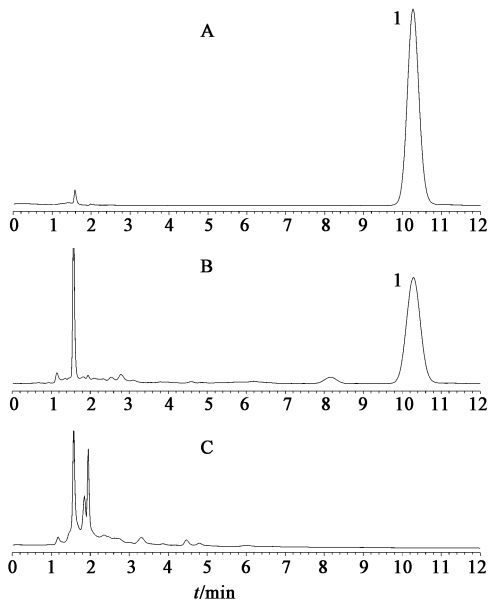
### 2 方法及结果

**2.1 色谱条件** Phenomenex Luna  $C_{18}$  色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以甲醇-醋酸-水 (35:4:61) 为流动相, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 30 °C, 检测波长 283 nm。理论板数按橙皮苷计算不低于 2 000, 色谱图见图 1。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取橙皮苷对照品 10 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 5 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻

[收稿日期] 20120312(003)

[通讯作者] \* 王海波, 主管药师, 从事药物分析研究, Tel: 0371-63388282, E-mail: haibowang99@163.com



A. 对照品;B. 样品;C. 阴性;1. 橙皮苷

图1 复方拳参片 HPLC

度,摇匀,即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品10片,除去包衣,精密称定,研细,取约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25mL,密塞,称定质量,超声处理30min,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,即得。

**2.4 线性关系考察** 分别吸取精密取橙皮苷对照品溶液( $52 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )2,5,8,10,15,20  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,测定峰面积;以进样量( $\text{ng}$ )为横坐标,峰面积为纵坐标,计算回归方程为 $Y = 4182X - 18950$  ( $r = 0.9999$ ),表明橙皮苷在104~1040  $\text{ng}$ 线性关系良好。

**2.5 精密度试验** 精密吸取对照品溶液5  $\mu\text{L}$ ,重复进样6次,测定峰面积,结果6次进样橙皮苷峰面积的RSD 0.5%,表明仪器精密度良好。

**2.6 稳定性试验** 精密吸取供试品溶液10  $\mu\text{L}$ ,每隔2h进样一次,测定峰面积,结果6次进样橙皮苷峰面积的RSD 0.4%,表明样品溶液在10h内基本稳定。

**2.7 重复性试验** 取同一样品6份,按2.3项下制备供试品溶液并测定,结果6次测定橙皮苷含量的RSD 2.4%,表明本法重复性良好。

**2.8 回收率试验** 取同一批号已知含量供试品(批号081201,橙皮苷质量分数 $0.6685 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ),研细,取约0.5g,精密称定,共取6份,分别精密加入橙皮苷对照品溶液( $0.0155 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ )25mL,按照

2.3项下方法,制备加样回收供试品溶液,测定橙皮苷含量,并计算加样回收率,结果见表1。

表1 橙皮苷加样回收率

取样量	样品中含量	加入量	测得量	回收率
/g	/mg	/mg	/mg	/%
0.5008	0.3348	0.3875	0.7105	96.96
0.5048	0.3375	0.3875	0.7042	94.64
0.5003	0.3345	0.3875	0.7206	99.65
0.4999	0.3342	0.3875	0.7189	99.28
0.5019	0.3355	0.3875	0.7060	95.61
0.5000	0.3343	0.3875	0.7084	96.55

**2.9 样品测定** 按2.3项下方法制备样品溶液,3批复方拳参片样品中橙皮苷含量为0.20,0.20,0.21  $\text{mg}/\text{片}$ 。

### 3 讨论

**3.1 测定指标的选择** 陈皮主要含有挥发油及黄酮类成分<sup>[5]</sup>,橙皮苷是方中重要有效成分,本研究以橙皮苷为指标,建立了复方拳参片的高效液相含量测定方法。该方法便捷、准确、重复性好,可以有效控制该药品质量。

**3.2 提取方法的选择** 比较了超声、回流等提取方法,结果超声法提取完全,杂质少,可以直接进样测定,避免了其他操作引起的误差。

**3.3 流动相的选择** 考察了乙腈-水<sup>[6]</sup>、甲醇-乙腈-冰醋酸<sup>[7]</sup>、甲醇-水-冰醋酸<sup>[8]</sup>等流动相系统,结果表明本研究所采用流动相峰形、分离度均较好。

### [参考文献]

- [1] 卫生部药品标准. 中药成方制剂. 第10册[S]. 1995:119.
- [2] 屈良斋. 复方拳参片治疗胃十二指肠肠炎及溃疡255例疗效观察[J]. 中国医刊,1985,20(9):49.
- [3] 刘彦明,王辉. 原子吸收光谱法测定复方拳参片中14种微量元素[J]. 许昌学院学报,2005,24(2):25.
- [4] 李庆耀,梁生林. 陈皮的药用研究进展[J]. 中成药,2008,30(2):246.
- [5] 张志海,王彩云,杨天鸣,等. 陈皮的化学成分及药理作用研究进展[J]. 西北药学杂志,2005,20(1):47.
- [6] 郭巧技,肖丽和,熊英. HPLC法测定沉香化滞丸中橙皮苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(10):32.
- [7] 林乐维,蒋林,郑国栋. 不同产地和采收期广陈皮中三种黄酮类成分的含量测定[J]. 中药材,2010,33(2):173.
- [8] 胡安青. 反相高效液相色谱法测定羚贝止咳糖浆中橙皮苷含量[J]. 中国药业,2011,20(14):39.

[责任编辑 顾雪竹]