

## 毛细管电泳法测定希尔康合剂中维生素 C 的含量

刘秋鹤\*, 谢彩玲

(1. 漯河医学高等专科学校第二附属医院, 河南 漯河 462002;  
2. 漯河市第二人民医院, 河南 漯河 462000)

**[摘要]** 目的:建立希尔康合剂中维生素 C(Vc)的含量测定方法。方法:毛细管电泳法,以苯甲酸为内标,以  $3.5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  硼酸  $\sim 3 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  硼砂溶液(pH 8.7)为运行缓冲液,分离电压为 12 kV;重力进样 10 s,测波长为 243 nm。结果:维生素 C 在  $0.112 \sim 1.12 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  线性关系良好,平均回收率为 99.6%。结论:该法简便、快速、重复性好,可作为希尔康合剂的质量控制方法。

**[关键词]** 希尔康合剂;刺梨;维生素 C;毛细管电泳法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)08-0140-02

## Determination of Vitamin C in Xierkang Syrup by Capillary Electrophoresis

LIU Qiu-he\*, XIE Cai-ling

(1. The Second Affiliated Hospital of Luohe Medical College, Luohe 462002, China;  
2. The Second People Hospital of Luohe, Luohe 462000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a method for determination of vitamin C in Xierkang syrup. **Method:** Capillary electrophoresis,  $3.5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  boric acid- $3 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  borax (pH 8.7) was used as running buffers and benzoic acid as internal standard. The separation voltage was set at 12 kV and the detection wavelength at 243. **Result:** The linear range of vitamin C was  $0.112\sim 1.12 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ . The average recovery was 99.6%. **Conclusion:** The method is simple, rapid, and sensitive and it could be used for the quantitative analysis of vitamin C in Xierkang syrup.

**[Key words]** Xierkang syrup; *Rosa roxburghii*; vitamin C; capillary electrophoresis

希尔康合剂是以刺梨原汁为主,配合中药苍术等制成的复方制剂,具有改善和治疗组织器官功能紊乱和障碍,临床上治疗睡眠障碍取得了良好的效果。刺梨为该制剂的君药,近年来的研究显示,刺梨中含有丰富的超氧化物歧化酶(SOD)和维生素 C(Vc)<sup>[1]</sup>,能清除体内过多的自由基,能改善和治疗组织器官功能紊乱和障碍,从而达到治疗睡眠障碍的目的。刺梨中 Vc 测定一般采用反相高效液相色谱法<sup>[2-3]</sup>,毛细管电泳法对 Vc 测定报道较少。为了控制希尔康合剂的质量,保证其疗效,本文采用毛细管电泳法对合剂中的 Vc 进行了含量测定,该法样品

用量少,分析成本低,为 Vc 的测定提供理想的测定方法。

### 1 仪器与试剂

CL1030 型高效毛细管电泳仪(北京彩陆科学仪器有限公司),KNAUER K-2501 紫外-可见检测器(德国),HW-2000 色谱工作站 2.17 版(南京千谱软件有限公司);未涂层熔凝石英毛细管(河北永年光导纤维厂);维生素 C 对照品(分析纯 99.99%;辽宁生物技术科学股份有限公司开发研究中心);希尔康合剂(批号 20090803,20091012,20091224)及阴性样品由漯河医学高等专科学校第二附属医院提供。硼酸, HCl, NaOH 皆为分析纯,水为去离子水。

### 2 方法与结果

#### 2.1 溶液的制备

**2.1.1 内标溶液的制备** 精密称取苯甲酸适量,加

**[收稿日期]** 20100910(001)

**[通讯作者]** \*刘秋鹤,主任药师,从事药剂和临床药学, E-mail: lqh-67@163.com

水制成  $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  的内标贮备液。

**2.1.2 供试品溶液** 精密取同一批希尔康合剂(20090803) 2 mL 置于 20 mL 量瓶中,加入内标物 2 mL,75% 甲醇稀释至相应刻度,0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。

**2.1.3 对照品溶液** 精密称取 Vc 对照品适量,加缓冲液溶液制成  $1.12 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的溶液。精密量取上述溶液 1 mL 至 10 mL 量瓶中用缓冲液稀释至刻度,摇匀,即为对照品溶液(2~8  $^{\circ}\text{C}$  保存)。

**2.1.4 阴性对照溶液** 按照希尔康合剂的制备工艺制备不含 Vc 的样品,按 2.1.2 项下的方法制成阴性对照溶液。

**2.1.5 运行缓冲液的制备** 运行缓冲液为  $3.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼酸- $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼砂溶液(pH 8.7);柱温 25  $^{\circ}\text{C}$ ;分离电压为 12 kV;重力进样 10 s,测波长为 243 nm。样品溶液和运行缓冲液过 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤,并超声脱气。每次开机后依次用  $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOH 冲洗 10 min,水冲洗 5 min,再用运行缓冲液冲洗 2 min。以苯甲酸为内标物对维生素 C 进行定量分析,谱图见图 1。

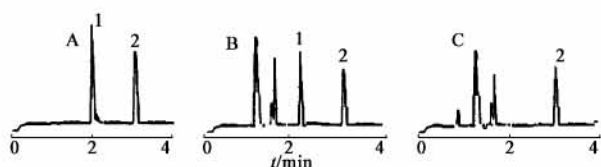


图 1 毛细管电泳色谱

A. 对照品;B. 供试品;C. 阴性对照;1. Vc;2. 苯甲酸

**2.2 Vc 的线性关系考察** 分别吸取对照品溶液 1, 2, 4, 6, 8, 10 于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释成 Vc 质量浓度为  $0.112 \sim 1.12 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ,其中内标物苯甲酸的质量浓度为  $25 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,重力进样 10 s,以对照品与内标峰面积之比为纵坐标(Y),分别以 Vc 的浓度为横坐标(X),绘制标准曲线。经回归处理,得回归方程  $Y = 2.1735X + 0.679$  ( $r = 0.9998$ ),表明 Vc 在  $0.112 \sim 1.12 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  呈良好的线性关系。

**2.3 稳定性试验** 取供试品溶液 10  $\mu\text{L}$  分别在 0, 5, 10, 15, 24 h 重力进样 10 s,按照上述电泳条件测定峰面积,计算 RSD 1.12%,表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

**2.4 精密度的试验** 精密吸取对照品溶液,重力进样 10 s,按照上述电泳条件进行测定,重复进样 5 次,测定峰面积,计算 RSD 1.03%,表明仪器精密度良好。

**2.5 重复性试验** 精密量取同一批号的希尔康合

剂 5 份,依上述方法制备供试品溶液,重力进样 10 s,按照上述电泳条件测定其含量,结果 Vc 的平均质量浓度为  $0.274 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ,RSD 1.17%,重复性良好。

**2.6 加样回收率试验** 取已知含量(批号 20090803;Vc 为  $0.274 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 6 份,每份 10 mL,分别精密加入 Vc 对照品适量。按上述方法制备,按照上述电泳条件测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 希尔康合剂中 Vc 的加样回收率( $n=6$ )

样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
2.740	1.370	4.106	99.7		
2.740	1.370	4.107	99.8		
2.740	2.750	5.507	100.6	99.6	1.01
2.740	2.750	5.457	98.8		
2.740	3.188	5.890	98.8		
2.740	3.188	5.931	100.1		

**2.7 样品测定** 精密吸取 3 批,按照上述方法测定,记录峰面积,结果 3 批样品(批号 20090803; 20091012; 20091224)中 Vc 质量浓度分别为 0.273, 0.271, 0.275  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

### 3 讨论

**3.1 内标物的选择** 在选定的电泳条件下,苯甲酸与被测定的样品成分分离完全,且迁移时间相近,故选择苯甲酸内标物。

**3.2 运行缓冲液的选择** Vc 极性较强,容易离子化;而在缓冲液为  $3.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼酸- $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼砂溶液(pH 8.7)中,加快 Vc 离子化。因此选择  $3.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼酸- $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼砂溶液(pH 8.7)溶液为运行缓冲液。

**3.3 缓冲液浓度的选择** 本实验选用  $10.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼酸- $9 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼砂溶液,进行稀释,考察了背景电解质浓度对组分及内标迁移行为的影响。结果表明随着缓冲液浓度的降低,分离时间缩短,电流下降,分离度稍有降低。稀释至 3 倍,即  $3.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼酸- $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼砂溶液(pH 8.7),待测组分与内标可以达到基线分离,电流较小。

### [参考文献]

- [1] 刘秋鹤. 希尔康合剂的制备与临床治疗[J]. 中国医院药学杂志, 2008, 24(3): 187.
- [2] 侯璐, 钱和. 高效液相色谱法测定刺梨中维生素 C 的含量[J]. 食品工业科技, 2009, 8: 311.
- [3] 周涛, 江维克, 艾强, 等. 贵州刺梨中总维生素 C 及还原型维生素 C 检测方法的建立与比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(9): 37.

[责任编辑 蔡仲德]