

## 高效液相色谱法测定新健胃片中橙皮苷的含量

吕英超<sup>1</sup>, 李代晓<sup>1</sup>, 秦婷<sup>2</sup>, 张晓峰<sup>1\*</sup>

(1. 河北承德医学院中药研究所, 河北承德 067000;  
2. 河北承德颈复康药业有限公司, 河北承德 067000)

**[摘要]** 目的: 建立高效液相色谱法测定新健胃片中橙皮苷含量的方法。方法: 采用 Phenomenex C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 以甲醇-冰醋酸-水(35:4:61)为流动相; 检测波长为 283 nm; 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>。结果: 橙皮苷进样量在 0.10~2.03 μg 呈良好线性关系( $r=0.9999$ ), 平均加样回收率为 98.37% ( $n=9$ )。结论: 该方法简便、快速、准确、重复性好, 灵敏度高, 可用于新健胃片的质量控制。

**[关键词]** 新健胃片; 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(2011)09-0124-03

## Determination Content of Hesperidin in Xinjianwei Tablets by HPLC

LV Ying-chao<sup>1</sup>, LI Dai-xiao<sup>1</sup>, QIN Ting<sup>2</sup>, ZHANG Xiao-feng<sup>1\*</sup>

(1. Chengde Medical College, Hebei Province, Chengde 067000, China;  
2. Chengde JingFukang Company, Hebei Province, Chengde 067000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a HPLC method for the determination of hesperidin in Xinjianwei tablets. **Method:** Phenomenex C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column was used. The mobile phase consisted of methanol-acetic acid-water(35:4:61) and the flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, the detective wavelength was at 283 nm. **Result:** The hesperidin has a good linear in the range of 0.10-2.03 μg ( $r=0.9999$ ), the average recovery ( $n=9$ ) was 98.37%. **Conclusion:** The method is rapid, sensitive, and accurate. It can be used for the quality control of Xinjianwei tablets.

**[Key words]** Xinjianwei tablets; hesperidin; HPLC

新健胃片是中药复方制剂,由苍术、陈皮、黄芩、大黄组成,收载在中成药地方标准上升国家标准部分(内科脾胃分册)WS-10080(ZD-0080)-2002,该方具有清热燥湿、制酸和胃的作用。用于肝胃郁热所致的反胃吞酸,胃脘脾闷,消化不良等症<sup>[1]</sup>。新健胃片现行质量标准,采用高效液相色谱法测定黄芩苷含量,黄芩苷性质活泼容易氧化水解,稳定性差。为确保该制剂的质量,本实验采用高效液相色谱法<sup>[2-5]</sup>

测定新健胃片中橙皮苷含量,控制新健胃片的质量,以保证药物临床应用安全、有效。

### 1 仪器与试剂

Agilent HP1100 高效液相色谱仪;DAD 检测器;AE240 型电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];KQ5200DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。橙皮苷对照品,中国药品生物制品检定所提供(批号 110721-200512);不同批号新健胃片(规格 0.5 g/片)由河北承德颈复康药业集团提供。甲醇有色谱纯和分析纯,冰醋酸为分析纯,水为重蒸水。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Phenomenex C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相甲醇-冰醋酸-水(35:4:61);

**[收稿日期]** 20101215(008)

**[第一作者]** 吕英超,助理实验师, Tel: 0314-2291187, E-mail: lvyingchao12@yahoo.com.cn

**[通讯作者]** \* 张晓峰,教授,博士,从事中医中药研究工作, Tel: 0314-2291142, E-mail: xiaofengzhang999@yahoo.com.cn

流速  $1.0 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ;检测波长为  $283 \text{ nm}$ ;进样量  $10 \mu\text{L}$ ;以橙皮苷记理论塔板数不低于  $3000$ 。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取五氧化二磷减压干燥至恒重的橙皮苷对照品适量,加甲醇制成  $0.05 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  的溶液,即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品  $10$  片,研细,取约  $0.5 \text{ g}$ ,精密称定,置  $50 \text{ mL}$  具塞锥形瓶中,精密加入甲醇  $25 \text{ mL}$ ,称重,超声处理(功率  $250 \text{ W}$ ,超声频率  $40 \text{ Hz}$ )  $45 \text{ min}$ ,放至室温,称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,微孔滤膜过滤,即得。

**2.4 阴性对照品溶液** 取不含陈皮药材的处方其他药材,按照相同工艺制得阴性对照样品,再按上述供试品溶液制备方法,制得阴性对照样品溶液,进行测定,结果,阴性样品色谱中,在与橙皮苷对照品相应的保留时间处无吸收峰,表明阴性样品对测定无干扰,见图 1。

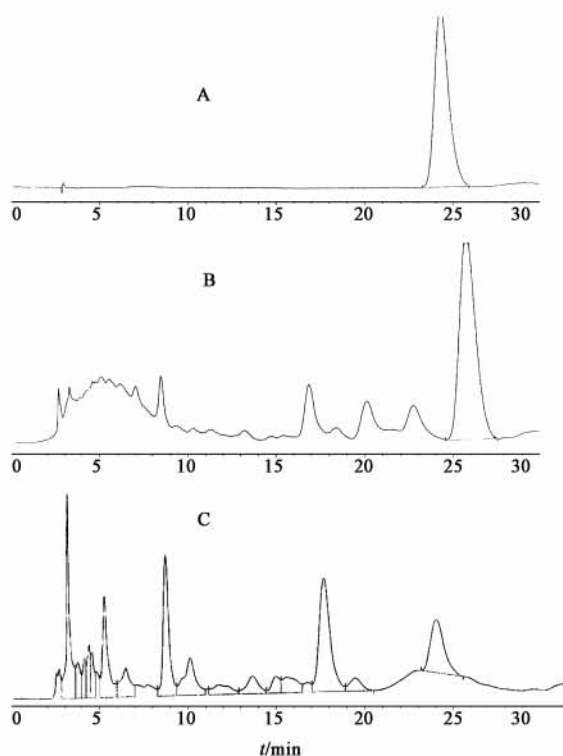


图 1 新健胃片 HPLC

A. 对照品;B. 样品;C. 阴性

**2.5 线性关系考察** 精密称定橙皮苷对照品,加甲醇分别制成每  $1 \text{ mL}$  含橙皮苷  $10.1, 20.3, 40.6, 60.9, 101, 203 \mu\text{g}$  的溶液,分别精密吸取  $10 \mu\text{L}$ ,注入色谱仪测定,以橙皮苷的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,进行线性回归。结果表明橙皮苷在

$0.10 \sim 2.03 \mu\text{g}$  线性良好,回归方程为  $Y = 1.0102X + 4.2769$   $r = 0.9999$ 。

**2.6 精密度试验** 取供试品溶液,连续进样  $6$  次,每次  $10 \mu\text{L}$ ,测定峰面积,橙皮苷峰面积平均值为  $1053.498$ ,RSD  $0.09\%$ 。表明仪器精密度良好。

**2.7 稳定性试验** 同一供试品溶液,分别于  $0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 \text{ h}$  进样,测定峰面积,计算峰面积平均值为  $1053.577$ ,RSD  $0.12\%$ ,表明供试品溶液在  $8 \text{ h}$  内稳定。

**2.8 重复性试验** 取同一批号(批号  $090103$ )样品粉末共  $9$  份, $1 \sim 3$  每份  $0.4 \text{ g}$ , $4 \sim 6$  每份  $0.5 \text{ g}$ , $7 \sim 9$  每份  $0.6 \text{ g}$ ,按 **2.3** 项下方法制备供试品溶液,分别测定含量,计算本批样品含量平均值为  $3.26 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ,RSD  $0.84\%$  ( $n = 9$ ),表明重复性良好。

**2.9 加样回收率试验** 取已知含量的样品(批号  $090104, 3.24 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )粉末  $0.25 \text{ g}$ ,精密称定,共取  $9$  份,平均分为  $3$  组,每组分别精密加入  $0.405 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  对照品溶液, $1.00, 2.00, 3.00 \text{ mL}$ ,照 **2.3** 项下供试品溶液制备方法制备供试液,测定每份溶液橙皮苷含量,计算回收率,结果平均回收率为  $98.37\%$ ,RSD  $1.00\%$  ( $n = 9$ )。见表 1。

表 1 新健胃片加样回收试验

No.	称样量 /g	样品含量 /g	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.2493	0.808	0.405	1.202	97.28		
2	0.2504	0.811	0.405	1.214	99.51		
3	0.2505	0.812	0.405	1.215	99.51		
4	0.2495	0.808	0.810	1.594	97.04		
5	0.2490	0.807	0.810	1.596	97.41	98.37	1.00
6	0.2496	0.809	0.810	1.602	97.90		
7	0.2501	0.810	1.215	2.010	98.77		
8	0.2505	0.812	1.215	2.017	99.18		
9	0.2502	0.811	1.215	2.011	98.77		

**2.10 样品含量测定** 取不同批号的新健胃片分别取  $3$  份,按 **2.3** 项下方法分别制备供试品溶液,进样,测定,结果见表 2。

表 2 新健胃片中橙皮苷测定

批号	含量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/%
090103	3.24	1.6
090105	2.99	1.2
090106	3.13	0.9
090414	3.29	1.7
090415	3.16	2.1
090416	3.08	1.9

## 阳桃叶挥发性成分的气相色谱/质谱分析

廖彭莹, 李兵, 苗伟生, 卢汝梅\*

(广西中医学院, 南宁 530001)

[摘要] 目的:研究阳桃叶的挥发性成分。方法:采用水蒸气蒸馏法提取阳桃叶中的挥发性成分,用气相色谱-质谱联用仪进行分析鉴定,并采用峰面积归一化法测定了各成分的相对含量。结果:共分离出 50 个色谱峰,鉴定了其中 24 个化学成分,占化合物检出总量的 72.00%。结论:阳桃叶的挥发性成分主要为脂肪酸类、脂肪烷烃类及萜类。

[关键词] 阳桃叶 挥发性成分 气相色谱-质谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)09-0126-03

### Analysis of Volatiles from Leaves of *Averrhoa carambola* by Gas Chromatography-Mass Spectroscopy

LIAO Peng-ying, LI Bing, MIAO Wei-sheng, LU Ru-mei\*

(Guangxi Traditional Medical University, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To study the volatiles from leaves of *Averrhoa carambola*. **Method:** The essential oils were extracted by steam distillation and analyzed by GC-MS. The relative content of each component was determined by area normalization. **Result:** Fifty peaks were separated and twenty-four of them were identified, representing about 72.00% of the total content. The main types of the volatiles were aliphatic acids, alkanes and terpenoids. **Conclusion:** This research could give a scientific basis for the further research on the leaves of *A. carambola*.

[Key words] leaves of *Averrhoa carambola*; volatile constituents; GC-MS

[收稿日期] 20101130(016)

[通讯作者] \* 卢汝梅, 教授, 研究方向: 中药活性成分及质量标准, Tel: 0771-3134025, E-mail: lrm1969@163.com

### 3 讨论

试验对供试品溶液制备中甲醇不同体积提取率分别进行考察 20, 25, 50 mL 溶剂中样品橙皮苷分别为 3.15, 3.24, 3.24 mg·g<sup>-1</sup>, 结果表明 25 mL 时已提取完全。

曾比较了甲醇-水-冰醋酸(35:65:1), 甲醇-水-冰醋酸(35:61:4), 乙腈-0.1% 磷酸(17:83), 乙腈-0.1% 磷酸(19:83), 结果以甲醇-水-冰醋酸(35:61:4) 的分离效果较为理想, 故确定为流动相。

采用 HPLC 测定新健胃片中橙皮苷的含量, 方法学考察结果本方法灵敏度高, 准确、可靠, 可作为该制剂新的质量控制方法。

### [参考文献]

- [1] 张金晓, 田义红, 郭传敏, 等. 新健胃片的药效学研究[J]. 中草药, 2005, 36(11): 1688.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2005: 132.
- [3] 运委, 张建苹. 高效液相色谱法测定蛇胆陈皮散中橙皮苷的含量[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(5): 770.
- [4] 张远荣. 高效液相法测定健胃消食片中陈皮苷的研究[J]. 中华现代内科学杂志, 2005, 10(2): 908.
- [5] 吕贻胜. HPLC 法测定陈皮中橙皮苷含量[J]. 安徽医药, 2007(9): 796.

[责任编辑 蔡仲德]