

HPLC 法测定沉香化滞丸中橙皮苷的含量

郭巧技*, 肖丽和, 熊 英
(深圳市药品检验所, 广东 深圳 518029)

[摘要] 目的: 建立测定沉香化滞丸中橙皮苷含量的高效液相色谱方法, 为其质量控制提供快速、有效的分析方法。方法: 色谱柱为 Shim-Pack CLC-ODS(4.6 mm × 25 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(21: 79), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 测波长为 283 nm。结果: 橙皮苷在 0.024 2~ 0.483 2 mg·mL⁻¹ 浓度范围内呈良好的线性关系; 平均回收率为 102.5%, RSD= 2.0%。结论: 该法简便、准确、稳定且无干扰, 可用于沉香化滞丸的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱法; 橙皮苷; 沉香化滞丸

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)10-0032-02

Determination of Hesperidin in Chenxiang Huazhi Pills by HPLC

GUO Qiaoji*, XIAO Li-he, XIONG Ying
(Shenzhen Institute for Drug Control, Shenzhen 518029, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method for the determination of hesperidin in Chenxiang Huazhi Pills. **Methods:** The separation was performed on a Shim-Pack CLC-ODS column(4.6 mm × 250 m, 5 μm) with acetonitrile-water (21: 79, v/v) as the mobile phase. The wavelength for detection was 283 nm and the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **Result:** The results showed a good linearity with the concentration range of 0.024 2~ 0.483 2 mg·mL⁻¹, and the average recovery was 102.5% with relatively standard deviations of 2.0%. **Conclusion:** This method was found to be simple, accurate and stable. It can be used for the quality control of Chenxiang Huazhi Pills.

[Key words] HPLC; hesperidin; Chenxiang Huazhi Pills

沉香化滞丸为沉香、牵牛子、枳实等 15 味药材组成的成方制剂, 具有理气化滞的功效, 用于由饮食停滞引起的胸膈胀满, 消化不良, 吞酸嘈杂, 腹中胀满。因现有标准^[1] 无含量控制项目, 为确保制剂质量, 保证用药的安全有效, 我们对该药进行了质量标准的研究, 建立了该制剂中橙皮苷的含量测定方法。结果表明, 该方法简便、准确、稳定且无干扰, 可作为该制剂的质量控制方法。

1 仪器与试剂

仪器: 戴安 P680A 高效液相色谱仪, PDA-100 检测器; 赛多利斯 CP224S 电子天平; 梅特勒-托利多

XS205 电子天平; AS20500A 天津奥特恩斯超声波清洗仪(功率 500W, 40 kHz)。

样品与试剂: 所用对照品及对照药材均由中国药品生物制品检定所提供; 沉香化滞丸由甘肃省河西制药有限公司提供, 处方中的 15 味中药由河北安国药业集团有限公司提供。水为超纯水, 甲醇为色谱纯, 实验中所用的其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 Shim-Pack CLC-ODS(4.6 mm × 25 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(21: 79), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长为 283 nm。在此色谱条件下, 色谱峰分离度好, 且阴性实验表明无干扰, 色谱图见图 1。

2.2 溶液的配制

2.2.1 对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量,

[收稿日期] 2008-12-22

[通讯作者] * 郭巧技, Tel: (0755) 25874446; E-mail: guoqiao128@126.com

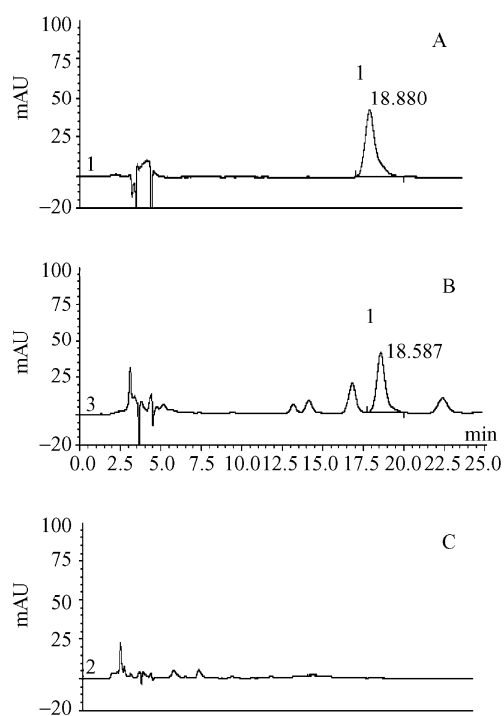


图 1 对照品(A)、供试品(B)、阴性对照样品(C)色谱图

1. 橙皮苷

精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液,摇匀,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约 0.25 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,称定重量,置水浴上加热回流 1 h,取出,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.3 线性关系 精密吸取不同浓度的橙皮苷对照品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,记录峰面积,以对照品的浓度($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)为横坐标,测得的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $Y = 344.37X - 1.5534$, $r = 0.9994$ 。结果表明,橙皮苷对照品浓度在 0.024 2~ 0.483 2 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 之间与其峰面积呈良好的线性关系。

2.4 专属性 精密吸取橙皮苷对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μ L,分别注入液相色谱仪,按含量测定的方法测定。结果未见阴性对照溶液对试验有干扰。

2.5 重复性考察 取同一批供试品 6 份,按含量测定方法测定。结果橙皮苷含量平均值为 15.4 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$,RSD 为 0.8%,表明重复性良好。

2.6 回收率试验 取同一批已知含量的供试品 6 份,分别精密加入一定量的橙皮苷对照品,按含量测定方法测定,结果见表 1。

表 1 橙皮苷回收率试验测定结果

实验号	供试品中含量(mg)	对照品加入量(mg)	测定结果(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	1.944	1.997	3.940	99.9		
2	1.919	1.997	4.014	104.9		
3	1.987	1.997	4.066	104.1		
4	1.999	1.997	4.074	103.9	102.5	2.0%
5	1.922	1.997	3.938	101.0		
6	1.900	1.997	3.917	101.0		

2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液,自制备后,按含量测定方法,分别在 0, 2, 5, 9, 11 h 进样测定。结果测得的橙皮苷峰面积的 RSD= 0.7%,表明供试品溶液自制备后 11 h 内基本稳定。

2.8 样品的测定 取本品 3 批,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,进样测定,结果橙皮苷含量分别为: 23.0, 17.3, 15.2。

3 讨论

曾分别考察了超声处理 30 min 和加热回流 30 min,其余同法操作。结果显示,以加热回流的提取方法效率最高。对样品的回流时间进行了考察,分别考察加热回流 30, 45, 60, 90 min 的结果,其余同法操作。结果显示,加热回流 60 min 的提取效率最高。

在流动相方面考察了甲醇-醋酸-水(35:4:61)^[2],分离效果不好,改用乙腈-水(21:79),结果供试品色谱中橙皮苷峰与其它色谱峰达到基线分离,保留时间适中,理论板数为 6 727。

取橙皮苷对照品的甲醇溶液(0.100 24 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$),在高效液相色谱仪上用二极管阵列检测器采集 200~ 800 nm 波长间的吸收光谱。结果在 286.5 nm 波长处有最大吸收,与《中国药典》陈皮项下检测波长略有差异,经考察,在 283~ 287 nm 波长范围内沉香化滞丸的橙皮苷含量基本一致,故选择 283 nm 作为检测波长。

[参考文献]

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 卫生部药品标准中药成方制剂[S]. 第九册,北京:卫生部药典委员会,1994: 87.
 [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部,北京:化学工业出版社,2005: 132.