

# 高效液相色谱法测定秋梨枇杷蜜中柚皮苷的含量

娄敏<sup>1</sup>, 郑鹏<sup>2</sup>, 李霞<sup>1</sup>, 赫炎<sup>3\*</sup>, 韩曼雪<sup>1</sup>, 潘海军<sup>1</sup>

(1. 中国中医科学院实验药厂, 北京 100700; 2. 广州固志医药科技有限公司, 广东 广州 510663;  
3. 中国中医科学院中医临床基础研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 建立用高效液相色谱法测定秋梨枇杷蜜中柚皮苷的含量测定方法。方法: 采用 Hypersil C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.2% 磷酸(22: 78), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长: 283 nm, 柱温: 30 °C。结果: 柚皮苷在(28.4~ 142.0) μg·mL<sup>-1</sup> 呈良好的线性关系, r = 0.999 9, 平均回收率为 96.11%, RSD 为 1.60%。结论: 本法简便、灵敏、准确, 可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 柚皮苷; 秋梨枇杷蜜; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)12-0009-02

## Determination of Naringin in Pear Loquat Syrup by HPLC

LOU Min<sup>1</sup>, ZHENG Peng<sup>2</sup>, LI Xia<sup>1</sup>, HE Yan<sup>3\*</sup>, HANG Man-xue<sup>1</sup>, PAN Hai-jun<sup>1</sup>

(1. Experimental Centre for Chinese Materia Medica Manufacture, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700 China; 2. Guangzhou Gu Zhi Pharmaceutical Limit Company, Guangzhou, 510663 China;  
3. Institute of Basic Research in Clinical Medicine, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method for determination of naringin in Pear Loquat Syrup. **Methods:** The chromatographic conditions included column Hypersil C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), mobile phase: acetonitrile-water-phosphate acid (22: 78: 0.2), flow rate at 1 mL·min<sup>-1</sup>, wavelength at 283 nm. **Results:** The linearity of naringin was in the range of (28.4~ 142.0) μg·mL<sup>-1</sup> (r = 0.999 9), and the average recovery was 96.09%, RSD = 1.6%. **Conclusion:** This method is simple, sensitive and accurate, and available for control of Pear Loquat Syrup.

[Key words] naringin; Pear Loquat Syrup; HPLC

秋梨枇杷蜜是由秋梨汁、枇杷叶、化橘红等 10 味中药制成的复方制剂, 具有治久咳、除顽痰、固肺腑、清热气、降虚火、消烦渴、健脾胃等功效, 用于治疗急性支气管炎以及由感冒引起的咳嗽, 口干咽痛等症。化橘红为方中臣药, 其主要有效成分为柚皮苷, 因此本文将该成分作为测定指标。文献报道柚皮苷的含量测定方法有高效液相色谱法<sup>[1-3]</sup>, 本实验经研究, 采用乙腈-水-磷酸系统为流动相, 色谱峰均达到基线分离, 其方法简便、灵敏、准确、重复性好、专属性高, 可作为本品质量控制指标之一。

### 1 仪器与试剂

岛津 LC-10AD VP 高效液相色谱仪, 岛津 SPD-10AVP 紫外检测器, 浙江大学 N2000 色谱工作站。

甲醇为分析纯(南京化学试剂一厂), 乙腈为色谱纯(美国 TEDIA), 水为纯净水; 柚皮苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110722-200309), 秋梨枇杷蜜(广州固志医药科技有限公司, 批号为 060221、060222、060223)。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Hypersil C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(含 0.2% 磷酸)(22: 78); 流速: 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长: 283 nm; 柱温: 30 °C; 灵敏度: 0.1 AUFS; 进样量: 10 μL。

[收稿日期] 2007-07-05

[通讯作者] \* 赫炎, Tel: (010) 64014411-3351

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取柚皮苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL,含 0.15 mg 的溶液,即得对照品储备液。精密吸取对照品储备液 6 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

**2.3 供试品溶液制备** 取本品 1.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,称重。超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz) 20 min,取出,放冷,用甲醇补足失去的重量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 按处方配比取相当于测定量 5 倍的药材(缺化橘红),照工艺制备成模拟制剂,按 2.3 项下制成阴性对照溶液。

**2.5 干扰试验** 取阴性对照溶液、对照品溶液和供试品溶液按上述色谱条件进样。结果表明:处方中其它药味对样品中柚皮苷的测定无干扰,见图 1。

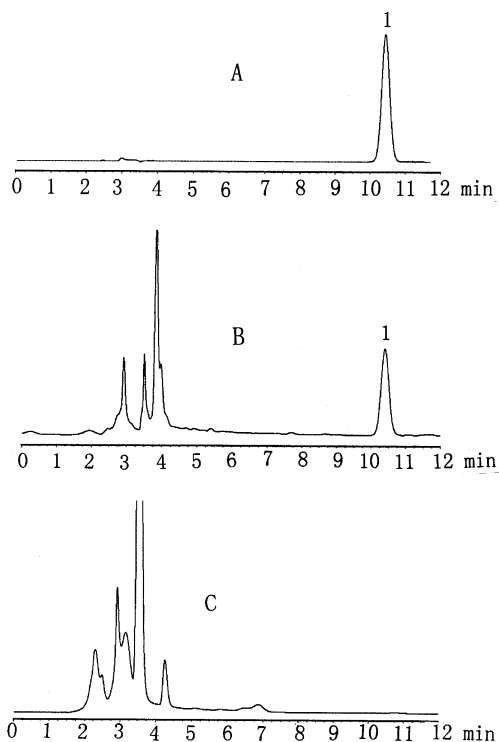


图 1 秋梨枇杷蜜中柚皮苷的 HPLC 图

A. 柚皮苷对照品; B. 供试品; C. 阴性对照; 1. 柚皮苷

**2.6 线性关系的考察** 取柚皮苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 中含 28.4, 56.8, 85.2, 113.6, 142.0 μg 的溶液,分别取 10 μL 注入液相色谱仪。以对照品浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标进行回归,线性方程为:  $Y = 8.67 \times 10^3 X - 1.13 \times 10^4$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明:柚皮苷在(28.4~142.0) μg·mL<sup>-1</sup>范围内线性关系良好。

**2.7 精密度试验** 取对照品溶液,连续进样 6 次,每次 10 μL,记录柚皮苷峰面积,计算峰面积的 RSD

为 0.8%。

**2.8 稳定性试验** 取供试品溶液,分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 进样,测得柚皮苷峰面积的 RSD 为 0.9%,表明样品溶液在 8 h 内稳定,均可进行测定。

**2.9 重复性试验** 取同一批号样品 6 份,按 2.3 项下制备成供试品溶液,进行测定,柚皮苷含量的 RSD 为 0.6%,表明方法可行,重复性好。

**2.10 加样回收试验** 精密称取已测含量的同一样品 6 份,精密加入对照品适量,配成中间浓度溶液,其余操作按供试品溶液的配制,平行操作 6 份,计算加样回收率。平均回收率为 96.09%,RSD 为 1.6%,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

称样量 (g)	样品含量 (mg)	对照品加入 量(mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
0.712 5	0.985 4	0.942	1.892	96.28
0.703 6	0.973 1	0.942	1.871	95.33
0.705 8	0.976 1	0.942	1.889	96.92
0.719 3	0.994 8	0.942	1.923	98.51
0.711 3	0.983 7	0.942	1.883	95.44
0.713 6	0.986 9	0.942	1.873	94.06

平均回收率= 96.09%, RSD= 1.60%

**2.11 样品测定结果** 取三批制剂,制备成供试品溶液,在选定的色谱条件下外标法测定柚皮苷的含量,结果分别为 1.34, 1.33, 1.31(mg·g<sup>-1</sup>)。

### 3 讨论

供试品溶液制备考察了不同浓度甲醇(50% 甲醇、70% 甲醇和纯甲醇)超声处理的提取方法,结果表明甲醇超声提取含量较高;在 20、30 和 40 min 的超声时间里,结果表明 20 min 即可提取完全,故最终采用超声 20 min 的方法进行提取。

取柚皮苷对照品适量,用流动相溶解,在(200~400) nm 处扫描,结果选用 283 nm 为检测波长。

采用上述方法测定柚皮苷,可为秋梨枇杷蜜的质量控制提供可行的方法。

### [参考文献]

[1] 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,2005:51.  
[2] 杜勇,李琰,张小茜. 蜜橘橘红痰咳胶囊质量标准的研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2006,12(10):14.  
[3] 连中鄂,韩灵国. 止咳橘红口服液质量标准研究. 中医药导报[J]. 2005,11(10):60.