

HPLC 法测定橙皮苷含量

刘卫红*

(河南中医学院第一附属医院, 河南 郑州 450002)

健儿口服液是我院自制制剂, 由白术、山药、茯苓、陈皮、山楂、大枣等中药提取制成, 陈皮为该制剂处方的臣药, 所含橙皮苷为陈皮的主要活性成分, 可作为质量控制指标性成分。为了能有效地控制制剂质量, 本研究采用高效液相色谱法建立了该制剂橙皮苷的含量测定方法^[1], 现报道如下。

1 材料

SP8810 高效液相色谱仪, SP4270 积分仪, SP100 检测器(美国光谱公司)。橙皮苷对照品: 由中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0721200111。样品由本院中药制剂室提供, 批号: 040327, 040515, 040802, 041111, 050121。乙醇、乙腈为色谱纯, 其它试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: VP-BDS(150mm × 4.5mm)。柱温: 常温; 流动相为: 乙腈-水-磷酸(20: 79.8: 0.2); 流速: 1.0mL/min, 检测波长: 284nm。

2.2 对照品溶液制备 精密称取在 80℃干燥 1h 的橙皮苷对照品适量置 50mL 容量瓶中, 加甲醇溶解, 制成每 1mL 含橙

皮苷 80μg 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液制备 取本品 5 支, 置 100mL 的三角瓶中摇匀, 精密吸取本品 10mL, 用乙酸乙酯振摇提取 4 次(20mL, 15mL, 15mL, 15mL), 合并乙酸乙酯提取液, 加水 15mL 洗 1 次, 水洗液再用乙酸乙酯提取 1 次, 弃去水液, 合并乙酸乙酯提取液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容至 25mL 容量瓶中, 摇匀, 用 0.45μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 依照本品处方量及制备工艺制成不含陈皮药材的制剂。按供试品溶液的制备方法制成阴性对照品溶液。测定方法: 精密吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性液各 10μL, 注入高效液相色谱仪中。在对照品色谱相应的位置上, 具有相同保留时间的色谱峰, 阴性对照品在此峰位无吸收, 对本品橙皮苷含量测定无干扰。

2.5 线性范围试验 精密称取在 80℃干燥 1h 的橙皮苷对照品 4.80mg 置 50mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得 1mL 含橙皮苷 96μg 的溶液。分别精密吸取 3.6、9、12、15μL(0.288, 0.576, 0.864, 1.152, 1.440μg) 溶液, 注入高效液相色谱仪中, 测定色谱峰面积, 以峰面积(A)对浓度(C)进行回归分析, 得回归方程: $A = 2401542.361X - 29236.4$, $r = 0.9995$ 。由测定结果得知, 橙皮苷在 0.288~1.440μg 范围内线性关系良好。

2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10mL, 按 2.3 项制备供试品溶液, 精密取同一供试液, 按 0、2、4、6、8h 间隔, 每隔 2h 测定 1 次, 结果为 RSD=0.38%。供试品溶液制备后 8h 内测定, 橙皮苷含量无明显变化, 在此时间内, 被测组分化学性质稳定。

2.7 精密度试验 精密吸取 2.2 项下对照品溶液 10mL, 重复进样 5 次, 测定平均峰面积为 2312916, RSD 为 0.18%。

[收稿日期] 2005-10-09

[通讯作者] 刘卫红, Tel: (0372) 66338538

2.8 重复性试验 取健儿口服液 5 份, 每份 10mL, 按 2.3 项下供试品溶液方法制备, 分别进样 10 μ L, 计算测得橙皮苷平均值为: 0.385mg/支, RSD= 0.96% (n= 5)。

2.9 加样回收率试验 精密吸取已知含量的本品 5mL, 共 5 份, 精密加入橙皮苷对照品溶液 20mL, 按 2.3 项下供试品溶液制备方法制备, 定容, 测定, 结果本法的平均回收率 97.5% ~ 100%, RSD 为 1.03%, 符合有关规定结果见表 1。

表 1 回收率试验测定结果

样品含量 /mg	对照品加入量/mg	实测橙皮苷 /mg	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1.9470	1.9200	3.8190	97.5		
1.9470	1.9200	3.8510	99.2		
1.9470	1.9200	3.8670	100.0	98.6	1.03
1.9470	1.9200	3.8310	98.1		
1.9470	1.9200	3.8290	98.0		

2.10 样品中橙皮苷含量测定 精密吸取不同批号样品, 分别按 2.3 项处理, 进样 10 μ L, 按上述色谱条件测定, 以峰面积计算样品中橙皮苷的含量, 结果见表 2。

表 2 不同批号样品橙皮苷含量(mg·mL⁻¹)

批号	含量		平均值	RSD(%)
	1	2		
040327	0.3892	0.3854	0.3873	0.69
040515	0.3890	0.3853	0.3872	0.69
040802	0.2904	0.2944	0.2924	1.00
041111	0.3871	0.3891	0.3881	0.36
050121	0.3894	0.3854	0.3874	0.69

3 讨论

本试验根据陈皮的性质, 振摇萃取实验证明, 以乙酸乙酯为溶剂, 振摇提取, 能将样品中的橙皮苷基本提取完全, 方法的重复性、稳定性、精密度、回收率试验均符合有关规定, 可作为本制剂的定量分析方法。

[参考文献]

[1] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典 [S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2000. 267.

张介宾的阴阳论探析

谢文英, 李素香

(河南省中医学院, 河南 郑州 450008)

明代医家张介宾提倡阳非有余与真阴不足的理论, 对后世产生了较大的影响; 他所创制的左归丸、左归饮与右归丸、饮, 至今仍为临床所习用。

张景岳四十岁后, 从理论上辨明诸家学说的得失, 尤其反对朱丹溪的“阳常有余”之说。对《内经》、《易经》深有研究, 其探求哲理在于“摭易理精义用资医学变通。”^[1]他认为“虽阴阳已备于内经, 而变化莫大于周易”^[1]。因此从“医易同源”^[1]的观点出发, 对祖国医学的阴阳学说进行了深入的探索和详尽的阐发。景岳明确提出“阴阳者、一分为二”^[2]的著名论点, 认为这是自然界的普遍规律。他深入阐发阴阳互根的原理, 指出“先天因气以化形, 阳生阴也; 后天因形以化气, 阴生阳也。”^[1]正说明了阴阳之理, 原自互根, 彼此相须, 缺一不可。无阳则阴无以生, 无阴则阳无以化。并认为《内经》“气归精……精化气”的内容, 也说明了“精气互根”^[3]的妙理。因为气为阳, 阳必生于阴; 精为阴, 阴必生于阳。所以无论先天或后天, “精之与气, 本自互生”^[4]。

张氏研究阴阳还与五行联系起来, 认为两者有不可分割的关系。他说: “五行即阴阳之质, 阴阳即五行之气, 气非质不立, 质非气不行, 行也者所以行阴阳之气也。”^[5]由于阴阳二气的不断运行, 使五行之间产生了密切的联系, 这就是所谓“五行互藏”^[5]和“五行之中, 复有五行, 阴根于阳, 阳根于阴, 阴阳相合, 万象乃生。”^[5]之说。认为某一脏腑的病变, 必然在不同程度上影响其他脏腑。在五行之中, 张氏对水火最为重视。

如上所述, 可知五行变虽无穷, 总不出乎阴阳, 阴阳之用, 总不离乎水火。“凡乱有所由起, 病由所由生, 故治病必当求本。盖五脏之本, 本在命门, 神气之本, 本在元精”^[1]因此论五脏不足, 总关系到阴阳亏损, 而阴阳的亏损, 总表现为水亏火衰。

张氏以重视气闻于世, 他在阴阳的论述中着重说明, “阴阳互根、精气互生”^[2]的同一原理。其对阴阳, 精气虚损提出了精辟见解, 指出: “善补阳者, 必于阴中求阳, 则阳得阴助, 而生化无穷; 善补阴者, 必于阳中求阴, 则阴得阳升而泉源不竭。”^[1]“善治精者, 能使精中生气; 善治气者, 能使气中生” (下转封三)

[收稿日期] 2005-10-09

[通讯作者] 谢文英, (0371) 65934070