

HPLC 法测定中药复方 OPG 片中橙皮苷的含量

史万忠, 徐德生, 刘力, 石印玉

(上海中医药大学附属曙光医院, 上海 200021)

摘要: 目的: 建立测定中药复方 OPG 片中橙皮苷含量的方法。方法: 样品用甲醇超声提取 30min, 在 C_{18} 柱上以甲醇-水 (41: 59) 为流动相, 在波长 283nm 处紫外检测。结果: 橙皮苷含量测定的线性范围为 0.05658~1.13 μ g, 线性回归方程为 $Y = 2637.54768X - 7.43358$, $r = 0.9999$, 平均回收率为 104.94%, RSD 为 2.37%。结论: 该法简便、准确, 重现性好, 可作为中药 OPG 片质量控制的方法。

关键词: 中药复方 OPG 片; 橙皮苷; HPLC

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)01-0004-02

Determination of Hesperidin in Compound OPG

Tablet by HPLC

SHI Wan-zhong, XU De-sheng, LIU Li, SHI Yin-yu

(Affiliated Shuguang Hospital of Shanghai University of TCM, Shanghai 200021, China)

Abstract: Objective: To develop a HPLC method for determining Hesperidin in the Compound OPG Tablet. Method: The sample was sonicated for 30 min. The contents were determined by HPLC, with a C_{18} column a mobile phase of methanol-water (41: 59) and detection wavelength at 283nm. Result: Hesperidin has a good linearity in the range of 0.05658~1.13 μ g, $Y = 2637.54768X - 7.43358$, $r = 0.9999$, The average recovery is 104.94% and $RSD = 2.37\%$ ($n = 5$). Conclusion: The method is sensitive, reliable and speedy. It can be used for quality control of Compound OPG Tablet.

Key words: Compound OPG Tablet; Hesperidin; HPLC

中药复方 OPG 片是由陈皮等 3 味中药组成的纯中药复方制剂, 临床上用于原发性骨质疏松症的治疗, 经严格的临床观察和动物实验评价, 其疗效确切。为了保证其疗效, 我们以陈皮中的橙皮苷为指标成分, 以 HPLC 法建立其含量测定方法, 以控制其质量及批次间的稳定性。

1 材料与仪器

中药复方 OPG 片 (010921、011027、020125) 由上海中医药大学附属曙光医院制剂室提供。陈皮经鉴定为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 的干燥成熟果皮, 由上海市药材公司提供。橙皮苷对照品 (721-9909) 由中国药品生物制品检定所提供。甲醇为色谱纯, 水为超纯水。HP1100 高效液相色谱仪, CQX25-06 超声波发生器 (上海必能信超声有限公司, 80W)。

2 方法和结果

2.1 色谱分析条件 色谱柱: Nova-pack C_{18} (3.9mm

$\times 150$ mm, 5 μ), C_{18} 预柱; 流动相: 甲醇-水 (41: 59), 流速 0.7ml/min; 检测波长 283nm; 数据处理定量方法为外标峰面积测定法。

2.2 标准曲线测定 精密称取橙皮苷标准品 1.13mg, 置 10ml 容量瓶中, 加甲醇溶解至刻度, 摇匀 (每 1ml 含橙皮苷 0.113mg)。精密吸取 1ml, 置 10ml 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀 (每 1ml 含橙皮苷 0.0113mg)。分别精密吸取 0.0113mg/ml 的对照溶液 5.0 μ l 和 0.113mg/ml 对照溶液 1.0、3.0、5.0、8.0、10 μ l, 注入高效液相色谱仪中, 以橙皮苷的量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线。其回归方程为: $Y = 2637.54X - 7.43358$, $r = 0.9999$, 线性范围为 0.0565~1.13 μ g。

2.3 样品液制备 取本品, 粉碎成细粉, 精密称取约 0.15g, 置 25ml 锥形瓶中, 精密加入甲醇 25ml, 称定重量, 放入超声波发生器中提取 30min, 取出待冷至室温, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 即得成品样品液, 进样 5 μ l。

2.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液, 先后进样

5次, 橙皮苷峰面积 RSD 为 0.69% ($n=5$)。

2.5 稳定性试验 将同一样品液于 0, 1, 2 天测定, 结果表明橙皮苷含量的 RSD 为 2.15% ($n=3$)。

2.6 空白对照液制备与测定 按处方比例和工艺, 制成不含陈皮的空白样品, 按样品液的制备方法制备, 测定。结果表明, 处方中其他药材和辅料不干扰橙皮苷的测定。

2.7 超声提取时间选择 将同一样品称取 4 份, 按照样品制备方法分别超声提取 20、30、45、60min, 制备供试品液, 按照上述色谱条件测定其含量, 结果见表 1。

表 1 不同超声提取时间对含量的影响

超声提取时间(min)	样品含量(mg/g)
20	4.0380
30	4.1118
45	4.1106
60	4.1770

超声提取 30min 基本使样品中的橙皮苷提取完全。故选用超声提取 30min。

2.8 加样回收率测定 在已知含量的样品中分别加入不同量的橙皮苷对照品, 按样品液制备方法制

表 2 回收率试验结果

制剂中的 橙皮苷含量 (mg)	添加橙皮 苷量(mg)	测得橙皮 苷量(mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
0.7557	0.742	1.5179	102.72		
0.7982	0.742	1.5794	105.28		
0.8362	0.954	1.8305	104.23	104.94	2.37
1.1270	1.092	2.2748	105.11		
1.1046	1.092	2.2271	102.79		

成加样样品液。将加样样品液分别按上述色谱条件测定橙皮苷的含量, 并计算加样回收率。结果见表 2。

2.9 样品含量测定 分别精密吸取对照品溶液、样品溶液, 依上述色谱条件测定 3 个批号成品样品, 用外标峰面积法计算复方 OPG 片中橙皮苷的含量, 结果见表 3。

表 3 成品中橙皮苷的含量($n=2$)

批号	含量(mg/g)
010921	4.42
011027	5.11
020125	5.04

3 讨论

橙皮苷的 HPLC 含量测定报道较多^[1-2], 但都不适合本制剂的分析, 本文经实验确定甲醇-水(41:59)的流动相比比例, 使复方中的其他成分不影响橙皮苷的含量测定。同时本文采用样品经甲醇直接超声提取的方法, 使分析更为简便。从 3 批成品的含量来看, 成品的含量基本稳定。

中药复方通过含量测定来控制内在质量方法, 有采用多个化学指标进行评价的趋势。药材陈皮中橙皮苷的含量较高^[3], 橙皮苷的含测对流动相及色谱柱无特殊要求, 因此在含有陈皮的中药复方采用多指标测定时, 可考虑选用。

参考文献:

- [1] 王静竹, 陈定一, 王晶. 高效液相色谱法测定陈皮中橙皮苷的含量[J]. 中国中药杂志, 1994, 19(7): 424.
- [2] 张善飞, 郭平平, 田燕华, 等. HPLC 法测定益胃胶囊中芍药苷、橙皮苷、甘草酸的含量[J]. 中成药, 2001, 23(4): 252.
- [3] 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, 2000. 148.