

高效液相色谱法测定血康颗粒中橙皮苷的含量

崔东滨*, 王淑琴, 马 倩

(吉林省中医中药科学院, 吉林 长春 130021)

[摘要] 目的: 用高效液相色谱法测定血康颗粒中橙皮苷的含量。方法: 采用 Hypersil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-醋酸-水(35: 4: 61), 检测波长 283 nm。结果: 平均加样回收率为 96.7%, RSD= 1.5%。结论: 方法简便、灵敏、准确、专属性强, 为血康颗粒的质量控制提供了有效的方法。

[关键词] 血康颗粒; 橙皮苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)01-0010-02

血康颗粒由陈皮、党参、熟地黄等 9 味药材组成, 具补血滋阴功效。用于血虚萎黄, 眩晕心悸。为了控制产品质量, 确保临床用药的有效性, 采用 HPLC 法测定橙皮苷的含量, 此方法灵敏度高, 操作简便, 结果准确。

1 仪器与试药

日本岛津高效液相色谱仪, 10A 检测器。橙皮苷对照品(供含量测定用)购自中国药品生物制品检定所; 乙腈为色谱纯; 水为重蒸水; 其余试剂均为分析纯。血康颗粒由本院制剂室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Hypersil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm)。流动相乙腈-0.3% H₃PO₄(20: 80), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 284 nm, 柱温 30 ℃。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取橙皮苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 25 μg 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取血康颗粒细粉(过 4 号筛), 约 2 g, 精密称定, 置具塞三角烧瓶中, 精密加入甲醇 100 mL, 称定重量, 超声提取 0.5 h, 用甲醇补足减失的重量, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 取不含陈皮制成的阴性制剂, 按 2.3 项制备阴性对照溶液, 即得。

2.5 专属性试验 分别精密吸取对照品溶液, 供试品溶液及阴性对照溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪,

[收稿日期] 2008-05-19

[通讯作者] * 崔东滨, Tel: (0431) 86816850; E-mail: cc_cdb@yahoo.com.cn

测定。色谱图显示阴性对照品溶液在与橙皮苷相应的保留时间处无色谱峰干扰。(见图 1, 2, 3)

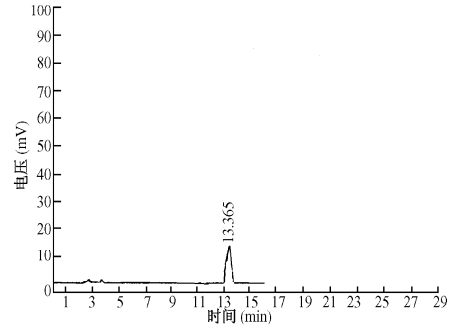


图 1 对照品色谱图

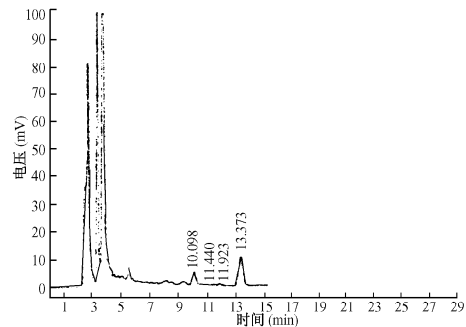


图 2 供试品色谱图

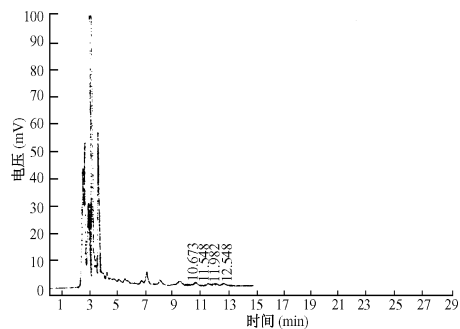


图 3 阴性对照色谱图

2.6 线性关系的考察 精密吸取不同浓度(0.005, 0.015, 0.025, 0.035, 0.045 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)的对照品溶液各 10 μL , 注入液相色谱仪, 测定。以橙皮苷对照品溶液的浓度为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 得回归方程为 $Y = -8.24 \times 10^2 X + 1.02 \times 10^6$, $r = 0.99996$ 。结果表明橙皮苷在(0.05~ 0.45) μg 范围内线性良好。

2.7 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10 μL , 分别测定, RSD 为 0.86%, 结果表明本含量测定方法精密度较好。

2.8 稳定性试验 取供试品溶液, 于 0, 12, 24, 36, 48 h 测定。RSD 为 0.94%, 结果表明供试品溶液在 48 h 内稳定。

2.9 重复性试验 取同一批样品, 分别制备 6 份供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 结果橙皮苷平均含量为 $1.045 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 1.1%, 表明本法重复性较好。

2.10 加样回收率试验 采用加样回收率的方法, 取同一批已知含量的样品 5 份, 每份 1 g, 精密称定, 分别精密加入橙皮苷对照品溶液(每 1 mL 含 1 mg) 1 mL, 按供试品溶液的制备方法制备, 按上述色谱条件测定, 结果见表 1。

表 1 橙皮苷加样回收率试验结果

样 品	取样量 (g)	样品含橙 皮苷量 (mg)	加入橙 皮苷量 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
1	0.999 8	1.045	1.01	2.008	95.3		
2	1.006 8	1.052	1.01	2.038	97.6		
3	0.992 4	1.037	1.01	2.005	95.8	96.7	1.5
4	1.009 6	1.055	1.01	2.054	98.9		
5	0.995 2	1.040	1.01	2.011	96.1		

3 讨论

在确定本试验供试品溶液的制备过程中, 比较了索氏提取与超声波提取两种制备供试品溶液的方法, 结果表明两种方法的测定结果基本一致, 考虑到超声波提取方法简易快捷, 故确定采用超声波提取。

参照文献^[1]报道的方法。本试验选用高效液相色谱法测定制剂中橙皮苷的含量, 经方法学考察, 结果表明此法重复性好、精密度高、简捷、快速, 可作为血康颗粒的质量控制方法。

[参考文献]

[1] 姜舜尧. HPLC 法测定 2 种含陈皮中成药中的橙皮苷的含量[J]. 中成药, 2001, 23(8): 612-614.