

HPLC 测定益气健脾口服液中橙皮苷的含量

谢 东, 谢培德, 甘勇强, 罗明冬*

(广西壮族自治区药品检验所, 广西南宁 530021)

摘要: 目的 建立益气健脾口服液的专属性含量测定方法。方法 采用 HPLC 法, 色谱柱为 Kromasil C₁₈ 柱, 流动相为甲醇- 醋酸- 水(35:4:61), 检测波长 283 nm。结果 橙皮苷在进样量为 0.104~ 5.200 μg 范围内呈良好的线性关系; 平均加样回收率为 99.58%, RSD = 1.04% (n = 6)。结论 所用方法操作简便易行、准确可靠, 可用于益气健脾口服液的质量控制。

关键词: 益气健脾口服液; 橙皮苷; HPLC

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1006- 0103(2005)01- 0079- 02

Determination of hesperidin in Yiqi Jianpi oral solution by HPLC

XIE Dong, XIE Pei- de, GAN Yong- qiang, LUO Ming- dong*

(Guangxi Institute for Drug Control, Nanning 530021, China)

Abstract: **OBJECTIVE** To establish a specific determination method for hesperidin contents in Yiqi Jianpi oral solution. **METHODS** The HPLC system consisted of Kromasil C₁₈ column and methanol- acetic acid water (35:4:61) as mobile phase. The detection wavelength was at 283 nm. **RUSULTS** Hesperidin had good linearity within the range of 0.104- 5.200 μg. The average recovery was 99.58% with RSD of 1.04%. **CONCLUSION** The method is sensitive, accurate and can be used for the quality control of Chinese medicine Yiqi Jianpi oral solution.

Key words: Yiqi Jianpi oral solution; Hesperidin ;HPLC

CLC number: R927.2

Document code: A

Article ID: 1006- 0103(2005)01- 0079- 02

益气健脾口服液是由黑蚂蚁、鸡矢藤、陈皮、山楂、麦芽、六神曲、槟榔等中药经提取加工而成的口服液体制剂, 具有益气补虚、健脾导滞和开胃消食之功效, 用于小儿消化不良、食欲不振、饮食积滞、身体瘦弱、厌食和疳积等疾病的治疗。现采用 HPLC 法测定益气健脾口服液中橙皮苷的含量, 以此作为其质量控制的指标。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与样品

Waters 515 泵, Waters 2487 紫外检测器, Waters 717plus 自动进样器, Waters PCM 泵控箱和 Waters

TCM 温控箱及柱温箱(美国 Waters 公司); Milli-PURE 纯水器(美国密里博公司)。橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0721- 9909, 供含量测定用); 甲醇为色谱纯; 水为高纯水; 其他试剂为分析纯。益气健脾口服液样品及缺陈皮的阴性对照样品(广西半宙制药股份有限公司)。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 Kromasil C₁₈ 色谱柱(5 μm, 4.6 mm × 250 mm), 柱温 35℃。理论板数在 5 × 10³ 以上, 进样量 10 μL。在以上色谱条件下, 橙皮苷保留时间约为 15.6 min (图 1)。

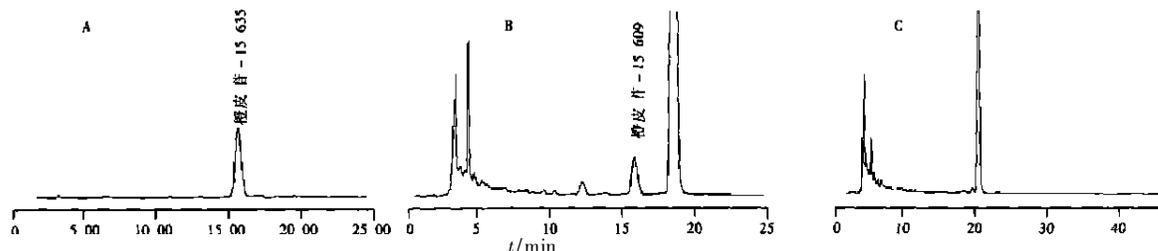


图 1 橙皮苷对照品(A)、供试品(B)和阴性对照品(C)的色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms of hesperidin (A), sample (B) and negative control (C)

作者简介: 谢东(1968-), 男, 副主任中药师, 从事药品检验、新药研究开发工作。

* 广西中医学院中药专业 2002 届毕业生

1.2.2 溶液的制备 精密量取口服液 3 ml, 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。取橙皮苷对照品适量, 加甲醇制成 1 mg•ml⁻¹ 的溶液, 摇匀, 作为对照品溶液。

1.2.3 线性关系的考察 精密吸取上述对照品溶液 0.1、0.5、1.0、3.0、5.0 ml, 分别置 10 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 进样测定。以对照品进样量为纵坐标, 峰面积为横坐标绘制标准曲线, 结果橙皮苷进样量在 0.104~ 5.200 μg 范围内呈良好的线性关系, 其回归方程为: $Y = 1.567 \times 10^6 X + 9.010 \times 10^4$ ($r = 0.9997$)。

1.2.4 稳定性的考察 对同一批供试品溶液, 12 h 内每隔 2 h 测定 1 次, 结果每支平均含量为 2.593 mg, $RSD = 1.12\%$, 表明供试品溶液稳定性良好。

1.2.5 加样回收率测定 精密量取口服液(批号: 011208, 含量 0.2508 mg•ml⁻¹) 2 ml, 置 10 ml 量瓶中, 精密加入对照品 0.4220 mg(取浓度为 0.211 mg•ml⁻¹ 的橙皮苷对照品甲醇溶液, 精密加入 2 ml), 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 按“1.2.6”项下方法测定含量, 再计算回收率, 结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果(mg, n= 6)

Table 1 The recovery tests of hesperidin (mg, n= 6)

Original	Added	Detected	Recovery/ %	\bar{X} / %	RSD/ %
0.5016	0.4220	0.9279	101.02	99.58	1.04
0.5016	0.4220	0.9183	98.74		
0.5016	0.4220	0.9169	98.41		
0.5016	0.4220	0.9244	100.19		
0.5016	0.4220	0.9245	100.21		
0.5016	0.4220	0.9189	98.89		

1.2.6 样品的测定和方法精密度(重复性)考察 10 批样品按照“1.2.2”项下方法制备供试品溶液, 进样测定, 用峰面积按外标法计算含量(表 2)。

表 2 样品的测定结果(n= 4)

Table 2 Determination results of samples (n= 4)

Batch No.	Contents/mg•bottle ⁻¹	RSD/ %
011208	2.508	0.12
011209	2.940	2.62
011210	2.730	1.92
011212	2.749	2.27
011213	2.700	0.86
011214	2.732	1.10
011217	2.714	0.03
011218	2.692	0.47
011219	2.651	1.44
011220	2.721	0.69

2 讨论

取益气健脾口服液, 适当稀释后, 在 200~ 400 nm 范围内扫描, 其最大的吸收在 283.2 nm, 与药典^[1]规定的测定波长 283 nm 相近, 故采用 283 nm 作为测定波长。在此波长下, 阴性样品色谱图表明, 空白样品对橙皮苷测定无干扰(图 1)。由于橙皮苷在甲酰胺中的溶解度比在甲醇中大, 曾参考文献^[2], 取益气健脾口服液用水饱和的正丁醇提取 4 次, 蒸干正丁醇液后, 用甲酰胺溶解, 以甲醇-水(39: 61)作流动相, 于 283 nm 测定。但发现甲酰胺对色谱柱损害较大, 理论板数下降较快, 影响分离效果, 经试验, 采用甲醇直接稀释、过滤后测定的方法, 比用正丁醇提取, 不仅操作方便, 而且结果更准确。虽然用甲醇直接溶解会带进较多水溶性杂质, 但不会对色谱柱造成损害。所用方法测定橙皮苷的含量, 简便、快速、准确, 可用作益气健脾口服液的含量控制。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 148
- [2] 谢东, 冯枫, 陆敏仪. 厌食康颗粒质量控制方法的研究[J]. 中国药师, 2000, 3(4): 22

收稿日期: 2004- 04

双黄连注射液中细菌内毒素的检测

张秀花, 袁瑞敏, 徐建民

(山东省菏泽市药品检验所, 山东 菏泽 274000)

摘要: 目的 用细菌内毒素法代替家兔法做双黄连注射液的热原检查。方法 采用《中国药典》2000 年版附录细菌内毒素检查法。结果 双黄连注射液稀释 20 倍后对细菌内毒素法无干扰。结论 双黄连注射液可以使用细菌内毒素法。

关键词: 双黄连注射液; 细菌内毒素; 灵敏度; 复核; 干扰试验

中图分类号: R927. 12

文献标识码: B

文章编号: 1006- 0103(2005)01- 0080- 02

作者简介: 张秀花(1966-), 女, 山东菏泽, 大专, 主管药师, 从事药品检验工作。