

- 京: 化学工业出版社, 2005: 132
- [2] 国家中医药管理局,《中华本草》编委会. 中华本草(第4册)[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 876
- [3] 刘晓茵, 梁芳慧, 纪耀华. 超声波法提取陈皮中橙皮苷最佳溶剂研究[J]. 长春医学, 2008, 6(3): 9-10
- [4] 朱思明, 于淑娟, 杨连生, 等. 陈皮中橙皮苷的超声法提取与结晶[J]. 食品工业科技, 2005, 26(6): 131-134
- [5] 卢静华, 王亚娟, 于玲. 陈皮中橙皮苷超声提取工艺研究[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(4): 604
- [6] 梁开玉, 罗启波, 喻梅. 从陈皮中提取橙皮苷工艺研究[J]. 重庆工商大学学报: 自然科学版, 2004, 21(1): 19-22
- [7] 朱思明, 于淑娟, 扶雄. 橙皮苷提取方法的研究[J]. 食品研究与开发, 2009, 30(7): 17-20
- [8] 武井. 应用毛细管电泳分析陈皮中黄酮类糖苷与陈皮配伍的汉方方剂[J]. 国外医学: 中医中药, 1999, 21(5): 54-55
- [9] 孙秀利, 张力, 秦培勇, 等. 微波法提取陈皮中橙皮苷[J]. 中药材, 2007, 30(6): 712-714

高效液相色谱法测定乳舒片中槲皮素含量

苏赤

(湖北省松滋市人民医院, 434200)

[摘要] 目的 建立测定乳舒片中槲皮素含量的高效液相色谱法。方法 色谱柱: Agilent Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-0.2% 磷酸水溶液 (45: 55), 流速 1 mL · min⁻¹, 检测波长 370 nm。结果 槲皮素进样量在 0.03~0.30 μg 范围内具有良好的线性关系 ($r=0.9999$), 平均加样回收率 99.65%, RSD 为 1.85% ($n=5$)。结论 该方法简便、准确, 重复性好, 可用于控制乳舒片的质量。

[关键词] 乳舒片; 槲皮素; 色谱法; 高效液相; 含量测定

[中图分类号] R286 R927.1

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-0781(2011)05-0642-02

Determination of Quercetin in Rushu Tablets by HPLC

SU Chi (Peoples Hospital of Songzi City, Hubei Province, Songzi 434200, China)

ABSTRACT Objective To establish a HPLC method for the determination of quercetin in *rushu* tablets. **Methods** HPLC method was performed on Agilent Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column with mobile phase consisted of methanol-water (containing 0.2% phosphoric acid) (45: 55). The flow rate was 1.0 mL · min⁻¹ and the detection wavelength was 370 nm. **Results** Quercetin showed a good linear over a range of 0.03-0.30 μg ($r=0.9999$). The average recovery was 99.65% with the RSD of 1.85% ($n=6$). **Conclusion** The determination method is simple, accurate, reliable and can be used to provide references for the quality control of *rushu* tablets.

KEY WORDS *Rushu* tablets; Quercetin; HPLC; Content determination

乳舒片是由丹参、路路通、当归、夏枯草和白花蛇舌草等制成的复方中药片剂, 具有舒肝理气、消肿散结、活血化瘀、益气养血、解毒抗癌的功能, 主治乳腺增生及乳腺肿瘤。处方中白花蛇舌草所含槲皮素具有抗肿瘤、抗氧化、抗血栓、抗糖尿病及保护心血管和止泻等药理作用^[1]。笔者在本实验中建立了高效液相色谱法测定乳舒片中槲皮素含量, 为乳舒片的质量控制提供依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Agilent 1100 高效液相色谱仪 (美国安捷伦), 含在线脱气机、四元梯度泵、自动进样器、紫外检

测器、化学工作站, CPA 124S 型电子天平 (德国赛多利斯), CQ-80 型超声波清洗机。

1.2 试剂 槲皮素对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 100081-200406), 乳舒片 [批准文号: 鄂药准字 (2001) 第 LZ01-071 号, 批号: 20080321, 20081102, 20090701] 及其阴性对照品 (均由本院制剂室提供), 甲醇为色谱纯, 注射用水 (四川科伦药业股份有限公司, 批号: H090519), 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Agilent Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.2% 磷酸水溶液 (45: 55); 柱温: 30 °C; 检测波长: 370 nm; 流速: 1.0 mL · min⁻¹; 进样量: 10 μL。在此色谱条件下, 槲皮素和前后色谱峰可达到基线分离, 见图 1。

[收稿日期] 2010-01-25 [修回日期] 2010-03-11

[作者简介] 苏赤 (1963-), 男, 湖北松滋人, 主管药师,

学士, 主要从事药剂工作。电话: 0716-6225336。

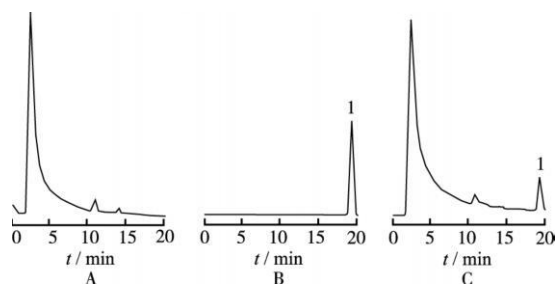


图 1 高效液相色谱图

A. 阴性溶液; B 对照品; C. 供试品; 1. 槲皮素

Fig 1 HPLC chromatograms

A. blank; B. chemical reference substance; C. sample; 1. quercetin

2.2 对照品贮备液的制备 精密称定槲皮素对照品 7.5 mg 置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,作为对照品贮备液(槲皮素浓度为 0.30 mg·mL⁻¹)。

2.3 供试品溶液的制备 取乳舒片 20 片(每片约 0.4 g),研细,混匀,称取粉末约 4 g 精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加 50% 甲醇 40 mL 和盐酸 2 mL 密塞,称定质量,加热回流 2 h 放冷,再称定质量,用 50% 甲醇补足减失的质量,摇匀,用孔径 0.45 μm 微孔滤膜过滤,作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察 分别精密量取对照品贮备液 0.10、0.20、0.40、0.80、1.0 mL,分别置于 10 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,得到不同浓度的对照品溶液。精密吸取对照品溶液各 10 μL,按上述色谱条件,分别进样,测定。以对照品进样量(X, μg)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程: Y = 5 842.28X - 9.26 (r = 0.999 9),线性范围为 0.03~0.30 μg。

2.5 重复性实验 取同一批样品(样品 3) 6 份,按“2.3”项下制备并进样测定。结果槲皮素含量 RSD 为 1.56%,表明本方法重复性好。

2.6 稳定性实验 取“2.5”项下同批样品在 0.4、8、12 h 分别进样测定,结果 12 h 内槲皮素色谱峰面积无明显变化, RSD = 0.56%。表明被测样品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.7 精密度实验 精密吸取浓度为 12.0 μg·mL⁻¹ 对照品溶液,在上述色谱条件下连续进样 6 次。槲皮素峰面积的 RSD = 0.34%,表明本方法精密度良好。

2.8 加样回收率实验 取已知含量的样品(含量

71.5 μg·g⁻¹) 适量,约 2 g 共 6 份,精密称定,分别精密加入对照品贮备液 0.50 mL,按上述方法制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果见表 1。平均回收率 99.63%, RSD = 1.85%。

表 1 槲皮素加样回收率实验结果

Tab 1 Result of recovery test of quercetin n = 6				
取样量 / g	样品含量 / μg	加入量 / μg	测得量 / μg	回收率 / %
2.001 5	143.1	150.0	294.2	100.73
2.009 8	143.7	150.0	296.4	101.80
1.998 5	142.9	150.0	288.6	97.13
1.989 0	142.2	150.0	289.7	98.33
2.004 3	143.3	150.0	295.1	101.20
2.015 6	144.1	150.0	292.2	98.73

2.9 样品含量测定 分别取不同批次乳舒片样品,按供试品溶液制备法制备并进行进样、采用标准曲线法测定,结果乳舒片中槲皮素的含量测定结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

Tab 2 Result of content determination n = 3			
编号	乳舒片批号	每片槲皮素含量 / μg	RSD / %
1	20080321	27.8	1.23
2	20081102	26.3	1.41
3	20090701	28.6	1.16

3 讨论

在样品提取方法的选择过程中,笔者分别考察了超声提取 + 回流提取^[2-3]和回流提取^[4]条件下槲皮素的提取情况,结果发现二者槲皮素的提取率无明显差异,只是后者提取杂质较多,但进样发现杂质大多出峰较早不影响测定,为方便操作,在制备时选用单用回流提取的方法。

采用该方法测定乳舒片中槲皮素的含量,方法简便、快捷,结果可靠。

[DOI] 10.3870/ydyh.2011.05.032

[参考文献]

[1] 舒毅,谭陶,张思宇,等.槲皮素的药理学研究进展[J].华西药学杂志,2008,23(6):689-691.
[2] 李华荣,高逢喜,任贻军.高效液相色谱法测定资本瓜中槲皮素的含量[J].医药导报,2010,29(9):1199-1200.
[3] 杨锡,倪琳,冯祥瑞,等.普乐安胶囊质量标准研究[J].中国药事,2008,22(6):513-515.
[4] 柳俊萍,颜维民.高效液相色谱法测定千柏鼻炎片中槲皮素的含量[J].医药导报,2009,28(6):787-788.