

# HPLC 法测定复方中成药桔红止咳冲剂中柚皮甙的含量

北京医科大学药学院应用药物研究所(100083) 何燕萍\* 王雅玲

**摘要** 用 HPLC 对桔红止咳冲剂中的柚皮甙作了定量分析。样品用甲醇提取,在 Varian KYWG C<sub>18</sub> 7 μm(220 mm×4.6 mm)柱上,用甲醇-1%醋酸(33:67)作流动相,各成分能很好分离,以标准曲线法测定了不同批号的 10 批样品中柚皮甙的含量。结果表明本法简便、快速、重现性好,测定回收率达 100.1%,RSD 为 1.18%。

**关键词** HPLC 化桔红 柚皮甙 中成药

桔红止咳冲剂是中国药典 1995 年版一部桔红丸经改变剂型而制得的一个复方中成药。中国药典主要采用性状鉴别、显微鉴别、理化鉴别及检查等项来控制其质量,而没有建立本品的含量测定方法,也未发现有对该成药进行定量分析的报道。我们参考中国药典 1995 年版一部化桔红药材项下含量测定方法,建立了本品中柚皮甙的反相高效液相色谱测定法。

## 1 仪器、试剂、标准品及样品

高效液相色谱仪(SP 8810),紫外检测器(SP 100),通用汉化色谱工作站(中国科学院大连化学物理研究所);超声波清洗仪;试剂为分析纯,标准品为中国药品生物制品检定所提供,样品为北京济世堂医药保健品开发研究所提供。

## 2 方法与结果

2.1 色谱分离条件:流动相甲醇-1%醋酸(33:67),不锈钢色谱柱(220 mm×4.6 mm Varian KYWG C<sub>18</sub> 7 μm),紫外检测波长 282 nm,流速 1 mL/min,定量方法为标准曲线法。柚皮甙标准液及样品溶液色谱图见图 1,两者保留时间及峰一致,理论板数为 3160。

2.2 标准曲线的制作:精密称取柚皮甙 10.16 mg,精密称定,置 10 mL 量瓶中,加少

量甲醇使溶解,并稀释至刻度,摇匀;精密量取 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得标准溶液,浓度为 0.1016 mg/mL。

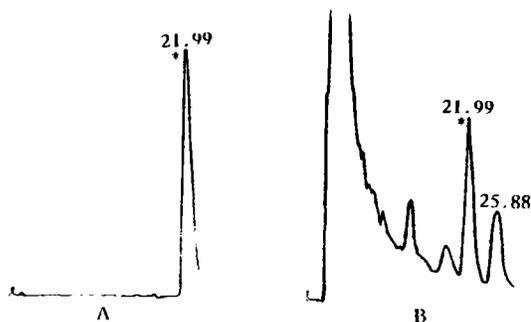


图 1 高压液相色谱图

A-标准溶液 B-供试品溶液 \* -柚皮甙

将标准溶液用微量注射器分别精密吸取 3、6、9、12、15 μL 进样,经 HPLC 测定其峰面积,绘制标准曲线,浓度在 0.3~1.5 μg 其峰面积与进样量呈线性关系, $r=0.9995$ , $Y=-754.4+62205.73X$ 。

## 2.3 最佳实验条件的考查

2.3.1 提取溶剂的选择:因为柚皮甙在甲醇中的溶解度相当大,我们用甲醇作提取溶剂,可以将样品中的柚皮甙提取完全。

2.3.2 提取方法的考察:采用中国药典 1990 年版一部化桔红项下索氏提取,将样品

\* Address: He Yanping, School of Pharmacy, Beijing Medical University, Beijing

先用石油醚脱脂,经脱脂后的药渣再用甲醇加热回流 3 h 提取至无色;同时采用了超声提取的方法,即将样品直接加甲醇经超声提取 20 min,分别将这两种方法提取所得的供试品溶液进行测定,结果其峰面积分别为 672308、684339,说明两种不同提取方法所得的结果基本一致,但超声提取比较简便,快速。另外还做了分别超声 10、20、30 min 3 组实验,结果峰面积分别为 677273、707962、701524,说明超声提取 20 min 效果较佳。

2.4 稳定性试验:标准品溶液及样品溶液在配制后 48 h 内测定结果不变。

2.5 样品测定:取不同批号之本品细粉各(过 40 目筛)2 g,精密称定,置 100 mL 带塞三角瓶中,加入甲醇 15 mL 盖严。超声处理(功率 250 W,频率 33 kHz)20 min,过滤至 25 mL 容量瓶中,用甲醇少量多次充分洗涤药渣,最后定容至刻度,摇匀,微孔滤膜滤过,为样品溶液。精密吸取样品溶液 10  $\mu$ L 进样,测定,计算。结果见表 1。

2.6 精密度试验:样品溶液连续进样 5 次,结果 RSD 为 0.94%。

2.7 重现性实验:同一批号样品 5 份,精密称定,按样品测定项下处理,得 5 份供试品溶

液,测定结果 RSD=0.45%。

表 1 样品测定试验

批号	含量(mg/g)	批号	含量(mg/g)
950501	0.5772	950523	0.5879
950502	0.5598	950524	0.6120
950503	0.5783	950601	0.5763
950514	0.5465	950614	0.5432
950517	0.5374	950618	0.5987

2.8 加样回收实验:取本品 1.0 g,精密称定,加入干燥至恒重的柚皮甙对照品溶液 1 mL (1.016 mg/mL),其它操作同样品测定项,结果回收率为 100.01%,RSD=1.18%。

### 3 小结

3.1 在药典桔红丸的质量标准的基础上作了改进,增加了含量测定项,以便能更好地控制产品质量。

3.2 样品以甲醇直接提取,甲醇-1%醋酸(33:67)为流动相,各成分能很好的分离,方法简便、快速、准确、重现性好,较适用于大规模生产中的产品质量控制。

3.3 该制剂为中国药典 1995 年版一部桔红丸经改变剂型而制得的一个复方中成药。其临床疗效优于桔红丸,目前正在报批中。

(1996-05-13 收稿)

## Quantitative Analysis of Naringin in Juhongzhike Chongji by HPLC

He Yanping and Wang Yaling

Quantitative analysis of naringin in "Juhongzhike Chongji" was carried out by HPLC. Samples were extracted with methanol. An ODS column of Varian KYWG C<sub>18</sub> 7  $\mu$ m (220  $\times$  4.6 mm) and mobile phase methanol-1% acetic acid (33:67) were employed. Calibration curve method was used to determined the contents of naringin in ten samples. Results showed that the method is simple, quick and reproducible. The recovery was 100.1% and RSD 1.18%.

## 安徽省高校科技函授部中医专业招生

经省教委批准继续面向全国招生,本着继承和发展祖国医学,培养具有专业技能的中医人才,选用 12 门全国统编中西医函授教材,与当前全国高等教育自考相配合,聘有专家教授进行教学,全面辅导和答疑。愿本部能成为你医学道路上的良师益友。凡具中学程度者均可报名,详情见简章。附邮 5 元至合肥市望江西路 6-008 信箱中函处,简章备索。邮编 230022,电话:0551-3644909