

HPLC 法测定化英冲剂中柚皮苷的含量

南昌市药品检验所(330003) 李 飞* 彭 琴

江西金水康制药有限责任公司 熊金桂

化英冲剂是由化橘红、白英、甘草等中药组成的新药,主治急性支气管炎、咳嗽等症。该药处方中的化橘红为主药,具有散寒、燥湿、利气、消痰之功效,主要用于风寒咳嗽、喉痒痰多^[1]。柚皮苷为化橘红的主要有效成分,因此,我们建立了高效液相色谱法测定本药中柚皮苷的定量方法^[2]。该法准确,回收率高,重现性好。

1 实验方法与结果

1.1 仪器与试剂:岛津 LC-9A 高效液相色谱仪 CR-4A 紫外检测器;甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯;柚皮苷对照品由中国药品生物制品检定所提供;化英冲剂(江西金水康制药有限责任公司 971201,971202,971204)。

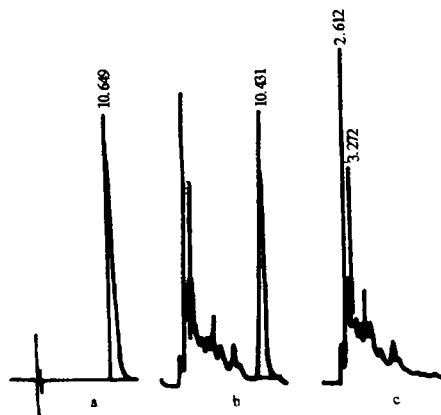
1.2 色谱及检测条件:色谱柱,ODS 4.6 mm×250 mm,5 μm;流动相:甲醇-醋酸-水(37:4:61);流速 1 mL/min,柱温 55 ℃,检测器波长 283 nm,纸速 3 mm/min,进样 10 μL。

1.3 对照品溶液的制备:精密称取 110 ℃干燥至恒重的柚皮苷对照品,加甲醇配制每 1 mL 中含柚皮苷 40 μg 的溶液,作为对照品溶液。

1.4 供试品的溶液的制备:取化英冲剂研细,精密称定约 1.5 g,置索氏提取器中,加石油醚(60~90 ℃)80 mL,置水浴上加热回流 2~3 h,弃去石油醚,挥干溶剂,加甲醇 80 mL,再置水浴上加热回流 3 h 至提液无色,放冷,滤过,滤液置 100 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,作为供试品溶液。用处方中除化橘红外的其他药材制成阴性对照溶液。

1.5 分离结果:分别精密吸取对照品、供试品溶液和阴性对照溶液注入液相色谱中,结果见图 1。

1.6 线性范围考察:精密吸取上述对照品溶液 0.5,1,2,3,4 μL 注入液相色谱仪中,以标准溶液的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行线性回归,其回归方程为 $Y=651\ 654 X-3\ 054$, $r=0.999\ 7$,线性



a-皮苷 b-样品 c-阴性对照

图 1 样品对照品 HPLC 图

范围为 0.1~0.8 μg。

1.7 精密度试验:取对照品溶液,重复进样测定,峰面积值 $RSD=0.71\%$ ($n=6$)。

1.8 稳定性试验:取对照品溶液,每隔 1 h 进样测试,7 h 内测定结果稳定。

1.9 加样回收率试验:精密称取已知含量的化英冲剂,定量加入柚皮苷对照品,求得柚皮苷的平均回收率为 98.35%, $RSD=1.08\%$ ($n=6$)。

1.10 样品测定:分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液 10 μL,注入液相色谱中,外标法计算含量。柚皮苷含量为 1.48 mg/g (971201), 1.43 mg/g (971202), 1.50 mg/g (971204)。

2 讨论

样品提取考察:经采用超声波提取,大孔吸附树脂分离提取及索氏提取,结果表明以石油醚-甲醇索氏提取方法较好,分离效果好,结果可靠。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典·一部.北京:化学工业出版社,1995:54
- 2 黄美声,沈玉刚.中草药,1990,21(5):15

(2000-01-24 收稿)

* 李 飞 药学士,中国药科大学(原南京药学院)药学系 81 届毕业。副主任药师。主要从事药品检验。