

HPLC 法测定枇杷花中苦杏仁苷

沈廷明, 吴仲玉

福建省宁德市中医院 药剂科, 福建 宁德 352100

枇杷花为蔷薇科枇杷属植物枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. 的花。枇杷花中含有丰富的三萜酸、熊果酸、齐墩果酸、苦杏仁苷、类黄酮、酚类等化学成分。枇杷花具有润喉、润肺、化痰止咳、清火解热作用及治疗头痛、伤风、鼻流清涕等症^[1-4]。气味清香、微甘, 含有多种维生素, 具有独特的保健作用。苦杏仁苷是枇杷花中的主要成分之一, 目前市场枇杷花较为混乱, 质量参差不齐, 为保证该药的质量, 有必要加强对其有效成分的质量控制。本实验采用高效液相色谱法测定枇杷花中苦杏仁苷的量, 方法简便, 结果准确可靠, 可用于枇杷花的质量控制。

1 材料

LC—2010AT 型高效液相色谱仪; SB2200—T 型超声波清洗器; BS—210S 型电子天平。乙腈(美国 Baker 公司)色谱纯; 无水甲醇、磷酸(国药集团化学试剂有限公司)均为分析纯; 水为超纯水。样品分别产于福建宁德、周宁、三明, 经宁德市药品检验所刘知远副主任中药师鉴定为枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. 的花。苦杏仁苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110820-200403)。

2 方法和结果

2.1 对照品溶液的制备

精密称取苦杏仁苷对照品适量, 加甲醇制成质量浓度为 81.0 μg/L 的溶液, 即得。

2.2 供试品溶液的制备

取本品粉末约 1.0 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 100 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3 色谱条件

色谱柱: Kromasil-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.1%磷酸水溶液 (8:92); 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长 207 nm。分别精密吸

取对照品溶液与供试品溶液各 20 μL, 注入液相色谱仪, 测定。色谱图见图 1。

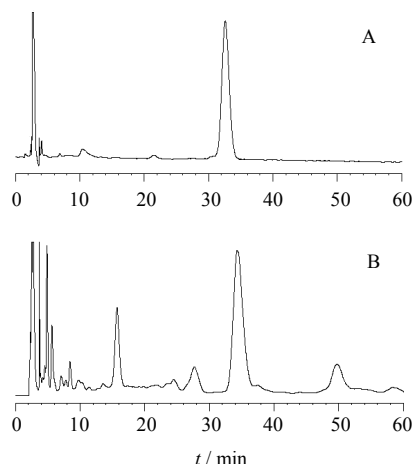


图 1 苦杏仁苷对照品 (A) 和样品 (B) 的 HPLC 谱
Fig. 1 HPLC chromatograms of amygdaloside reference substance (A) and sample (B)

2.4 线性关系考察

精密称取苦杏仁苷对照品 81.0 mg 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 分别吸取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 于 100 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度。按上述色谱条件, 分别进样 20 μL, 测定峰面积, 以峰面积积分值为纵坐标 (Y), 苦杏仁苷质量浓度为横坐标 (X) 绘制标准曲线, 计算得回归方程 $Y=17\ 942 X+28\ 384$, $r=0.999\ 7$ 。结果表明苦杏仁苷质量浓度在 40.5~205.5 μg/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

取宁德产样品制备供试品溶液, 连续进样 5 次, 测得峰面积 RSD 为 1.23%。

2.6 稳定性试验

取宁德产样品制备供试品溶液, 按上述色谱条件, 分别在 0、2、4、8、24 h 进样测定, 测得供试品中苦杏仁苷峰面积积分值的 RSD 为 1.38%。

收稿日期: 2012-08-12

作者简介: 沈廷明 (1975—), 男, 福建省宁德市人, 主管药师, 主要从事医院药学研究。Tel: (0593)2827300 E-mail: wuzhongyu01@sina.com

2.7 重复性试验

取宁德产样品制备供试品溶液 6 份, 在上述色谱条件下分别进行测定, 测得苦杏仁苷质量分数的 RSD 为 1.16%。

2.8 加样回收率试验

取已测定的枇杷花 6 份, 每份约 1.0 g, 精密称定, 于每份中分别精密加入苦杏仁苷对照品 11.0 mg, 按供试品溶液的制备方法制备, 以上述的色谱条件测定, 平均回收率为 97.75%, RSD 为 1.54%。

2.9 样品测定

取 3 批样品, 按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 并按上述色谱条件, 取对照品溶液与供试品溶液各进样 20 μ L, 按外标法计算, 分别测定苦杏仁苷量。3 批样品的苦杏仁苷的质量分数分别为 11.95、11.69、11.01 mg/g。

3 讨论

本实验分别用乙腈-水、乙腈-0.1%磷酸水溶液、甲醇-水、甲醇-水-冰醋酸、乙腈-0.05%磷酸水

溶液作为流动相, 并对流动相进行不同配比, 比较色谱图, 结果发现乙腈-0.1%磷酸水溶液 (8:92) 为流动相的峰形较好, 故选择乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相。

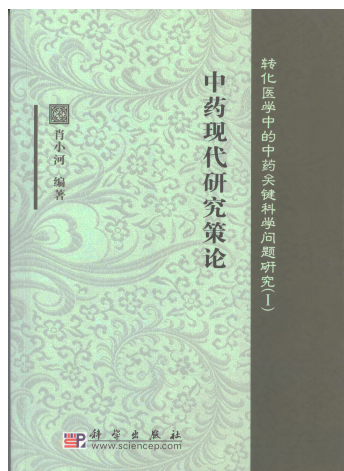
采用甲醇、乙醇、50%乙醇甲醇作提取溶剂, 分别进行回流提取和超声提取, 结果显示甲醇超声提取 30 min 即可, 方法操作简便, 快速。

本方法准确、简便, 重现性及回收率均理想, 可以作为枇杷花的质量控制方法。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 王静波, 杨必坤, 张宏, 等. 枇杷花提取物止咳作用研究 [J]. 中草药, 2009, 40(7): 1006-1109.
- [3] 林国荣, 沈高杨. HPLC 法测定枇杷核中苦杏仁苷含量 [J]. 海峡医药, 2007, 19(1): 41.
- [4] 孙苏逖, 孟宪丽, 李春雨, 等. 枇杷花的研究进展及其药效评价思路的探讨 [J]. 现代药物与临床, 2011, 26(3): 198-202.

《中药现代研究策论》简介



本书根据全军中药研究所所长, 解放军第三〇二医院中西医结合中心主任肖小河教授所发表的专论性和述评性文章编撰而成, 反映了肖教授多年来对中药现代研究关键学科问题所进行的潜心思考与大胆探索, 也可从一方面窥见我国中药现代化发展概貌。

全书内容广泛, 涵盖中药现代科技产业的上游、中游、下游各个环节的关键科技问题, 涉及中医药基本概念与内涵的创新诠释, 中药现代化国际化发展战略与对策、道地药材品质辨识与中药资源可持续发展、中药质量评价与控制模式的创新发展、中药药性理论与合理用药、中药新药科学创制等。

既有理论探索, 又有方法创新; 既有专题论述, 又有系统分析; 既有回顾性研究, 又有前瞻性分析。

本书的出版发行对有志于中医药科技事业的各界朋友将具有良好的启示和参考价值, 对中药科技事业可持续发展将产生一定推动作用。