

图1 G溶液在0h的吸收曲线(左)及0h与0h比较的褶合光谱的差谱图(0.01%)(右)

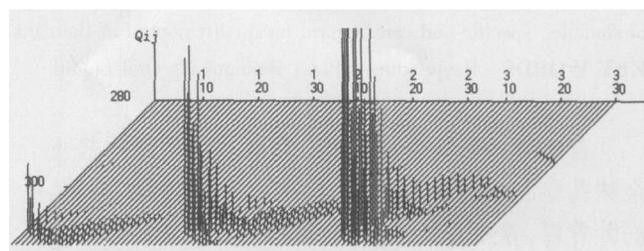
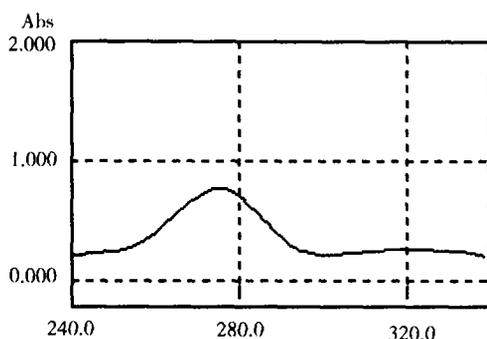


图2 G溶液在8h的吸收曲线(左)及0h与8h比较的褶合光谱的差谱图(39.58%)(右)

3 讨论

3.1 在采用褶合光谱法考察药物配伍稳定性时,当差谱值小于10%的溶液为强稳定,吸收曲线间无差异;差谱值大于10%且小于20%为中稳定,吸收曲线间可辨差异;差谱值大于20%为弱稳定,吸收曲线间有较明显的差异^[3]。由表2中的数据表明,乳酸环丙沙星与常用注射液5%和10%葡萄糖注射液、5%和10%葡萄糖氯化钠注射液、复方氯化钠注射液、0.9%氯化钠注射液的配伍溶液的差谱值均小于10%,可配伍使用,而乳酸环丙沙星与乳酸钠注射液1~8h的差谱值均大于20%,不可临床配伍使用。

3.2 褶合光谱法考察物质在整个光区的吸收特性,并通过一系列的褶合变换将近似图形的细微差别

大,以此区分结构类似的物质,当考察稳定性的样品组分较多难以定量时,它可以发现个别组分结构的微小变化并以差谱值定量表达,为稳定性考察吸收曲线及其相似的物质鉴别等方面开拓了广阔的前景。

参考文献:

- [1] 李瑞. 药理学[M]. 第4版. 北京:人民卫生出版社,1999:293.
- [2] 陆峰,方慧生,吴玉田. 褶合光谱法考察药物配伍稳定性[J]. 中国医院药学杂志,1996,16(11):505.
- [3] 刘荔荔,王卓,慈薇,等. 褶合光谱法考察5种临床静滴液的化学稳定性[J]. 中国医院药学杂志,2000,20(2):75.
- [4] 黄庆华,卢芳,温金莲,等. 褶合光谱法考察脑乐欣与胰岛素的配伍稳定性[J]. 广东药学院学报,2003,19(2):112.

收稿日期:2006-02-22

高效液相色谱法测定百年康口服液中橙皮苷的含量

叶光明,瞿发林,刘桂永,谈丽娜,蒋勤,赵勇(中国人民解放军第102医院药械科,江苏常州213003)

摘要 目的:建立百年康口服液中橙皮苷的含量测定方法。方法:采用HPLC法,色谱柱为YWG C₁₈(150mm×4.6mm,5μm),流动相为乙腈-0.25%磷酸水(20:80);检测波长为285nm,流速为1.0mL/min。结果:橙皮苷在5~50mg/L浓度范围内呈良好的线性关系($r=0.9996$),平均回收率为100.92%,RSD为1.78%。

结论: 本法灵敏、准确、重现性好、精密度高、专属性强,可用于百年康口服液中橙皮苷的含量测定和质量控制。

关键词 橙皮苷;高效液相色谱法;百年康口服液

作者简介: 叶光明(1976-),男,硕士研究生,主管药师。
Tel: (0519)8042797.

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2006)05-0357-03

Determination of hesperidin in Bainiankang oral liquid by HPLC

YE Guang-ming, QU Fa-ling, LIU Gui-yong, TAN Li-na, JIANG Qin, ZHAO Yong (No. 102 Hospital of PLA, Changzhou 213003, China)

ABSTRACT Objective: To establish the determination of hesperidin in Bainiankang oral liquid. **Method:** The determination was carried out by HPLC with a YWG C₁₈ (150mm × 4.6mm, 5μm) column, acetonitrile - 0.25% water (20: 80) as mobile phase, detection wavelength was at 285nm, flow rate was 1.0 mL/min. **Results:** Hesperidin showed a good linear relationship at the range of 5 ~ 50mg/L, $r=0.9996$. The average recovery was 100.92% and RSD was 1.78%. **Conclusion:** The method is sensitive, accurate, reproducible, specific and can be used for quality control of Bainiankang oral liquid.

KEY WORDS Hesperidin; HPLC; Bainiankang Oral Liquid

百年康口服液是由桑椹、大枣、甘草、陈皮等十余味药材制成的复方制剂,具固本扶正,滋阴补肾,润肺养胃,养血安神,健脑强身等功效。主用于年老体弱、食欲不振、营养不良、失眠多梦者。参照文献^[1]采用 HPLC 测定百年康口服液中橙皮苷含量,操作简便,被测成分分离完全,测定结果准确、可靠。

1 仪器与药品

Waters 系列高效液相色谱仪,486 紫外型检测器;Waters2010 软件系统色谱数据处理仪器(均为美国 Waters 公司)。橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110721-200211);百年康口服液(本院自制,批号 20051028)。乙腈(色谱纯,江苏汉

邦科技有限公司);其余化学试剂均为分析纯;水为二次重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 YWG C₁₈ (4.6mm × 150mm, 5μm);流动相为乙腈 - 0.25% 磷酸水 (20: 80);流量 1.0mL/min;柱温 35℃;检测波长 285nm;灵敏度 0.01AUFS;进样量 20μL;外标法。

2.2 系统适用性试验 取供试品溶液 20μL 注入液相色谱仪测试,橙皮苷的保留时间为 7.31min。理论塔板数以橙皮苷计不低于 2000,见图 1。

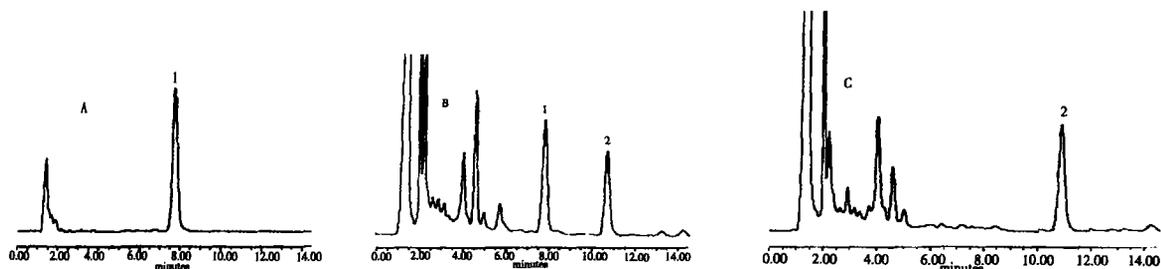


图 1 橙皮苷对照品(A)、样品(B)及阴性样品(C)色谱图

1. 橙皮苷色谱峰;2. 防腐剂色谱峰

2.3 溶液的制备

2.3.1 对照品贮备液的配制 取橙皮苷对照品约 1.0mg,精密称定,置 10mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度作为标准贮备液备用。

2.3.2 供试品溶液的配制 取百年康口服液 10 支摇匀,精密量取 1mL 于 10mL 量瓶中,加甲醇溶解并定容,摇匀,离心(2000r/min)20min,上清液作为供试品溶液。另取缺陈皮的阴性样品,按供试品溶液制备法制得阴性对照液。

2.4 线性关系考察 分别精密吸取对照品贮备液 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL 置 5 个 2mL 量瓶中,以甲

醇稀释至刻度,混匀后,分别进样 20μL,记录色谱图。采用最小二乘法,以色谱峰面积(A)对浓度(C)作直线回归,得回归方程为: $A = 32908C - 8079$, $r = 0.9996$,结果表明橙皮苷在 10 ~ 50mg/L 范围内呈良好的线性关系。

2.5 干扰试验 取对照品溶液、阴性样品溶液分别进样 20μL,记录色谱图,结果阴性样品对测定无干扰,见图 1。

2.6 精密度及稳定性试验 取浓度(20.0mg/L)对照品溶液,连续进样 5 针,测得进样精密度 RSD 为 0.33%。取某浓度(20.0mg/L)对照品溶液分别在

0、2、4、6、8h 进样,测得橙皮苷供试品的峰面积 *RSD* 为 0.59%,结果表明供试品溶液在 8h 内稳定,结果见表 1、表 2。

表 1 橙皮苷精密试验

编号	峰面积	平均峰面积	<i>RSD</i> (%)
1	606 503		
2	606 776		
3	610 806	608 677	0.33
4	610 534		
5	608 765		

表 2 橙皮苷稳定性试验

编号	时间(h)	峰面积	<i>RSD</i> (%)
1	0	608 976	
2	2	609 334	
3	4	607 674	0.59
4	6	601 656	
5	8	602 783	

2.7 重复性试验 取同一批号的样品(20051028)

表 4 橙皮苷回收率试验结果

编号	样品中含量(mg/L)	加入量(mg/L)	测得量(mg/L)	回收率(%)	平均回收率(%)	<i>RSD</i> (%)
1	10.25	8.00	18.67	102.34		
2	10.25	8.00	18.30	100.26		
3	10.25	10.00	20.68	102.15		
4	10.25	10.00	20.84	102.92	100.92	1.78
5	10.25	12.00	22.06	99.18		
6	10.25	12.00	21.94	98.64		

2.9 样品含量测定 照上法制备供试液和对照品溶液,分别进样 20 μ L,记录峰面积,按外标法计算橙皮苷的含量,结果见表 5。

表 5 样品含量测定结果(n=3)

批号	含量(mg/L)	平均含量(mg/L)	<i>RSD</i> (%)
20050408	19.95 19.54 19.71	19.73	1.04
20050809	19.25 18.90 19.15	19.11	1.03
20051028	20.49 20.62 20.23	20.45	0.97

3 讨论

3.1 经考察^[1],橙皮苷在 285nm 处有最大吸收,本实验选择 285nm 为检测波长,保证了检测的准确度。

3.2 流动相选择时曾参考文献^[2]的甲醇-醋酸-水(35:4:61),但峰形不理想,又参考文献^[3]条件

5 份,按样品测定方法测定,结果样品中橙皮苷的平均含量为 20.45 mg/L,*RSD* 为 0.97%,表明重复性良好,结果见表 3。

表 3 重复性试验测定结果(n=5)

编号	称样量(mL)	含量(μ g/g)	<i>RSD</i> (%)
1	1	20.49	
2	1	20.62	
3	1	20.23	0.97
4	1	20.65	
5	1	20.25	

2.8 回收率试验 取同一批号已知含量的百年康口服液,0.5mL,置 10mL 量瓶中,精密加入适量橙皮苷对照品溶液,用甲醇稀释定容,按样品测定方法测定,测得平均回收率为 100.92%,*RSD* 为 1.78%,结果见表 4。

调节流动相的条件得到所用的流动相,分离效果比较满意。

3.3 在所用流动相条件下我们得到色谱峰 2,分离效果较好,经考察为防腐剂苯甲酸钠在酸性条件下水解所得苯甲酸的色谱峰,这为我们考察百年康口服液苯甲酸钠的是否漏加和加入量提供参考依据。

3.4 不同批号百年康口服液测定结果有一定的差异,可能与药材来源、生产工艺有关,所以需制订一个质量标准以控制产品的质量,确保药物的有效性。

参考文献

[1] 中国药典 2005 版[S]. 2005:132.
 [2] 于颖. HPLC 测定木香理气丸中黄芩苷和橙皮苷含量[J]. 中成药,2004,26(10):810.
 [3] 武为宝,赵成. HPLC 测定断血流中橙皮苷的含量[J]. 现代中药研究与实践,2005,19(3):40.

收稿日期:2006-03-21