

HPLC 测定侧柏叶颗粒中槲皮苷含量

★ 郑冰珊 陈晓城 林崇良 (温州医学院附属第一医院 温州 325000)

关键词:高效液相色谱法;侧柏叶颗粒饮片;槲皮苷

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:B

侧柏叶颗粒饮片为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥枝梢及叶经加工炮制后经提取浓缩而成的配方颗粒。具有凉血止血、生发乌发等功效。临床用于吐血衄血、咯血、便血、崩漏下血、血热脱发、须发早白等症状。本方法采用高效液相色谱法对侧柏叶颗粒饮片中槲皮苷的含量进行测定,有利于质量控制,确保用药的安全有效。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱系统,515 泵,2487 紫外检测仪,717 自动进样系统,柱温箱。

槲皮苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 111538-200302)。侧柏叶颗粒饮片(三九医药股份有限公司,批号 031008,040508,040624)。实验中所用的试剂与试药均为分析纯,水为重蒸馏水,甲醇为色谱纯。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: C_{18} (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 0.01 mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇-冰醋酸 (60:40:1.5); 检测波长: 254 nm; 流速: 10 mL/min; 柱温: 室温; 进样量: 5 μ L。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取槲皮苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 50 μ g 的溶液,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取装量差异下的本品颗粒,研细,取约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加甲醇 20 mL,称定重量,超声处理 30 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.3 线性关系性范围

分别精密量取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10 μ L, 按

上述色谱条件测定,分别重复进样,测定峰面积。以对照品的浓度为横坐标,以色谱峰的面积纵坐标,绘制标准曲线,线性回归方程为 $Y = 1.542 \times 10^6 X + 721\ 54$ ($r = 0.999\ 6$)。结果表明槲皮苷在 0.25~1.15 μ g 范围内有良好的线性关系。

2.4 精密度试验

精密吸取同一批号的供试品溶液,重复进样 5 次,测定槲皮苷的峰面积, RSD 为 1.37% ($n = 5$)。

2.5 重现性试验

取同一批次样品 5 份,分别按供试品溶液制备法制备,测定其槲皮苷的含量, $RSD = 2.63\%$ ($n = 5$)。

2.6 稳定性试验

取同一份供试品溶液分别在 2, 4, 6, 8, 24 小时进样,测定槲皮苷峰面积,计算槲皮苷含量, $RSD = 1.87\%$ ($n = 5$)。

2.7 加样回收率试验

取同一批已知含量的样品 5 份,分别精密加入槲皮苷对照品,按供试品溶液制备法提取,测定,计算回收率,结果平均加样回收率为 98.49%, $RSD = 2.96\%$ ($n = 5$)。

2.8 样品测定

分别精密吸取对照液与供试品溶液 10 μ L,用 0.45 微孔滤膜滤过,注入色谱仪,按上述色谱条件,以峰面积按外标法测定含量,结果见表 1。

表 1 样品中槲皮苷含量测定结果 ($n = 3$)

批号	槲皮苷的含量/mg $\cdot$ 袋 ⁻¹	RSD (%)
031008	30	2.12
040508	40	2.51
040624	35	2.78

(收稿日期:2006-06-28)

的紫蓝色斑点。表明形成稳定包合物,且未影响化学性质。

参考文献

[1] 陈祥,严丽霞. β -环糊精及其衍生物在药剂中的应用[J]. 天津药学, 1999, 11(4): 10

[2] 朱爱兰. 泽兰挥发油 β -环糊精包合工艺研究[J]. 南京中医药大学学报(自然科学版), 2000, 16(6): 351~352

[3] 王岩,周莉玲. 脑康灵胶囊中挥发油 β -环糊精包合物的质量研究[J]. 广州中医药大学学报, 2002, 19(4): 311

(收稿日期:2006-09-26)