

高效液相色谱法测定胃康颗粒中橙皮苷的含量

★ 苟小军 (江苏省徐州医药高等专科学校制药系 徐州 221116)

★ 张宁 王萍 (陕西中医学院 02 级研究生 咸阳 712083)

关键词:胃康颗粒;橙皮苷;高效液相色谱法;含量测定

中图分类号:TQ 460.6 文献标识码:A

胃康颗粒由陈皮、茯苓、佛手、黄连等组成,具有舒肝和胃、理气止痛的功能,用于肝胃不和引起的胃脘胀痛、呕吐、吞酸等症。本文采用高效液相色谱法对该制剂中的主要药物陈皮进行了含量测定,为更好地控制本品的内在质量提供了科学依据。

1 仪器与试剂

Waters 600E 液相色谱仪, Waters 2478 紫外检测器, millog 色谱工作站。橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所分发);胃康颗粒(陕西中医学院药物研究所提供);乙腈为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品的制备 精密称取橙皮苷对照品 2 mg 置 20 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得,橙皮苷含量为 0.1 mg/mL。

2.2 色谱条件 色谱柱: HypersilODSC₁₈ 柱(200 mm×4.0 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水-磷酸(21:79:0.4);流速:1.0 mL/min;柱温:30 ℃;检测波长:283 nm。理论板数按橙皮苷计算,应不低于 2 000。

2.3 供试品溶液制备 取本品适量,研细,精密称取细粉 1 g,量具塞三角烧瓶中,精密加入 25 mL 甲醇,称定重量,超声提取 30 分钟,取出,放至室温,称重,用甲醇补充减失的重量,滤过,取续滤液,用 0.45 μm 的微孔滤膜滤过,即得。

2.4 阴性试验 取缺陈皮的阴性对照药,照供试品溶液制备方法制备成空白对照液,进样,测定。结果:空白对照液在相同位置处无与橙皮苷相对应的色谱峰。表明空白对照无干扰。

2.5 线性关系的考察 精密称取对照品 2.1 mg,置 20 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,制成每 1 mL 含 0.105 mg 的溶液,分别进样 3、5、10、15、20 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值 A,对照品量 C(μg),作线性回归,求得回归方程: $A = 1\ 650\ 534.7C + 2\ 466\ 5$, 相关系数 $r = 0.999\ 8$, 结果表明橙皮苷在 0.315~2.10 μg 范围内线性关系良好。

2.6 精密度试验 精密吸取对照品溶液重复进样 5 次,结果橙皮苷峰面积积分值的相对标准差 $RSD = 0.611\ %$ 。

2.7 重复性试验 取同一批号(批号 030304)样品 5 份,分别照样品测定法测定,结果橙皮苷平均含量为 4.183 mg/g, $RSD = 2.48\ %$ 。

2.8 稳定性试验 取供试品溶液,每间隔 2 小时进样 1 次,共进样 5 次,平均含量 4.172 mg/g, $RSD = 0.882\ %$,表明供试品溶液在 10 小时内基本稳定。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的本品(批号 030304),加入橙皮苷对照品,按供试品制备方法制备加样回收率供试品溶液,照上述色谱条件测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果

序号	称样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	测定量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	0.4013	1.678 6	1.9	3.568 1	99.45	97.65	1.34
2	0.313 4	1.314 7	1.5	2.763 0	96.55		
3	0.316 5	1.323 9	1.7	2.964 3	96.49		
4	0.314 7	1.316 4	1.9	3.163 4	97.21		
5	0.315 2	1.318 5	2.1	3.88 5	98.57		

2.10 样品测定 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪,测定。结果见表 2。

表 2 3 批样品测定结果

批号	平均含量/mg·g ⁻¹
030301	4.158
030304	4.050
030307	4.104

3 讨论

陈皮在本方中为君药,其主成分为橙皮苷,故本品选择测定橙皮苷的含量作为质量控制的指标。

试验中采用乙腈-水(25:75)、乙腈-水-磷酸(21:79:0.6)、乙腈-水-磷酸(21:79:0.4)、乙腈-水-磷酸(22:78:0.6)、乙腈-水-磷酸(22:78:0.6)等为流动相进行分析,结果以本文中流动相最为理想,供试品中橙皮苷与其它成分得到完全的分离,且峰形对称。

(收稿日期:2005-04-29)