

# 高效液相色谱法测定金果饮中橙皮苷的含量

徐坚, 罗瑞雪 (浙江省台州市药品检验所, 浙江 台州 318000)

**摘要:**目的 建立高效液相色谱法测定金果饮中橙皮苷的含量。方法 采用高效液相方法。色谱柱为 Agilent zoxbax C<sub>18</sub> (15 cm × 4.6 mm, 3.5 μm), 流动相为乙腈-0.2%磷酸溶液 (20:80), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 284 nm。结果 橙皮苷在 0.35 ~ 7.0 μg 范围内呈良好的线性关系 ( $r=0.9992$ ), 回收率为 99.21% (RSD=1.12%,  $n=6$ )。结论 本方法简单, 快速, 准确, 可用于金果饮的质量控制。

**关键词:**橙皮苷; 金果饮; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.792.1

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2006)04-0327-02

## Determination of hesperidin in Jingouyin by HPLC

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish an HPLC method for determination of hesperidin in Jinguoyin. **METHODS** A Agilent zorbax C<sub>18</sub> (15 cm × 4.6 mm, 3.5 μm) was used with a mobile phase of acetonitrile-0.2% phosphoric acid solution (20:80), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was at 284 nm. **RESULTS** The calibration curve was linear within the range of 0.35 ~ 7.0 μg/mL ( $r=0.9992$ ), and the average recovery of hesperidin was 99.21% (RSD = 1.12%,  $n=6$ ). **CONCLUSION** The method is simple, rapid and accurate. It can be used for the quality control of Jinguoyin.

**KEY WORDS:** hesperidin; Jinguoyin; HPLC

金果饮为中药复方制剂,由地黄、玄参、麦冬、陈皮、蝉蜕、薄荷油、南沙参、胖大海等组成,卫生部药品标准中成药方制剂第五册标准只有鉴别检查项,没有含量测定项,不能有效地控制药品的内在质量,为了健全药品标准,现采用HPLC法测定主要药味陈皮中的橙皮苷的含量,其结果满意。

### 1 仪器与试剂

Water Alliance 2695 + 2996 + Empower 工作站。

橙皮苷对照品 (hesperidin, 批号 0721 - 200010 供含量测定, 中国药品生物制品检定所), 金果饮 (由杭州华东医药集团康润制药有限公司生产, 批号 030717.030808.040109)。

乙腈为色谱纯, 磷酸、乙醇为分析纯, 水为二次纯化水。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱: C<sub>18</sub> (15 cm × 4.6 mm, 3.5 μm), 流动相为乙腈-0.2%磷酸溶液 (20:80), 检测波长为 284 nm, 柱温为 25℃, 流速为 1.0 mL/min, 进样量为 20 μL。

#### 2.2 供试品溶液的制备

2.2.1 对照品储备液的配制 精密称取真空干燥 24h 的橙皮苷对照品适量, 加甲醇, 超声溶解制成每 1 mL 含 350 μg 的对照品储备液。

2.2.2 供试样品溶液的制备 精密量取本品 5 mL 置 500 mL 量瓶中, 加稀乙醇至刻度, 摇匀, 离心 (4 000 r/min) 10 min, 取上清液, 用微孔滤膜 (0.45 μm) 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 阴性对照品供试液制备 按处方制得缺陈皮的阴性对照品, 按样品处理得阴性对照品供试液。

#### 2.3 线性关系考察

分别精密吸取上述对照品储备液 1.0, 5.0, 10, 15 mL 置 20 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。取上述溶液和对照品储备液各 20 μL 进样, 测定峰面积, 以峰面积  $Y$  为纵坐标, 橙皮苷量  $X$  为横坐标进行线性回归, 回归方程为  $Y=1.689.6X+5.448.2$  ( $r=0.9992$ ), 表明橙皮苷在 0.35 ~ 7.0 μg 范围内有良好线性关系。

#### 2.4 精密度试验

精密吸取同一对照品溶液, 重复进样 5 次, 进样量 20 μL, 橙皮苷峰面积的相对标准偏差 RSD = 0.4% ( $r=5$ )。表明仪器的精密度良好。

#### 2.5 重复性试验

精密吸取同一批供试品溶液, 重复进样 6 次, 进样量 20 μL, 测得橙皮苷的含量, 结果 RSD 为 1.9% ( $n=6$ )。表明

方法的重复性好。

#### 2.6 回收率试验

采用加样回收法。取已知含量的一样品 6 份, 分别添加橙皮苷对照品, 按上述色谱条件测定, 测得橙皮苷回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率测定结果 ( $n=6$ , RSD = 1.12%)

Table 1 The result of recovery test ( $n=6$ , RSD = 1.12%)

取样相当于橙皮苷的含量 (mg)	添加橙皮苷的量 (mg)	测得橙皮苷的总量 (mg)	回收率 (%)
4.40	4.42	8.80	99.55
4.37	4.42	8.77	99.55
4.38	4.42	8.84	100.90
4.43	4.42	8.74	97.51
4.37	4.42	8.75	99.10
4.41	4.42	8.77	98.64

#### 2.7 样品稳定性试验

取上述供试品溶液 1 份, 每间隔 2h 测定一次, 共 5 次测得橙皮苷的峰面积, 结果表明供试品溶液在 1 ~ 10h 内稳定。

#### 2.8 空白试验

取阴性对照品供试液, 按上述色谱条件测定, 结果在橙皮苷吸收峰处无干扰。

#### 2.9 样品测定

取供试品溶液, 按每批各 2 份, 测得橙皮苷的峰面积, 结果见表 2。

表 2 金果饮中橙皮苷的含量 (mg/mL,  $n=3$ )

Table 2 Assay results of hesperidin in Jinguoyin (mg/mL,  $n=3$ )

批号	第 1 份含量	第 2 份含量	平均含量
030717	8.85	8.81	8.83
030808	8.74	8.80	8.77
040109	8.75	8.72	8.74

### 3 讨论

3.1 橙皮苷在甲醇中溶解度不大, 故在制备对照品储备液时, 必须用超声波超声 20 min 以上, 使橙皮苷充分溶解。

3.2 样品用稀乙醇提取目的使橙皮苷溶解在乙醇中, 而糖类等极性物质在乙醇中溶解度小, 进行离心, 分离。使不溶于乙醇或在乙醇中溶解度小的物质沉淀, 结果使橙皮苷的峰受到干扰小。

收稿日期: 2005-03-14