

高效液相色谱法测定毛冬青胶囊中芦丁的含量

李惠敏¹, 徐轶伦² (1. 惠州市药品检验所, 广东 惠州 516008; 2. 惠州市龙门县食品药品监督管理局, 广东 惠州 516000)

摘要:目的 采用高效液相色谱法测定毛冬青胶囊中芦丁的含量。方法 采用 Kromasil C₁₈ 色谱柱 (250 × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水-冰醋酸 (50:48:2), 检测波长为 360 nm。结果 芦丁在 5.14 ~ 82.24 μg/mL 浓度范围内线性关系良好 ($r=0.9994$)。平均加样回收率为 98.74% ($n=5$, RSD=1.5%)。结论 本法简便、准确、重现性好, 可用作毛冬青胶囊的质量控制。

关键词:毛冬青胶囊; 芦丁; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.700.1

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2006)05-0399-03

Determination of rutin in Maodongqing capsules by HPLC

LI Hui-min, XU Yi-lun (1. Huizhou Institute for Drug Control, Guangdong Province, Huizhou 516008, China; 2. Longmen Guangdong Food and Drug Administration, Huizhou 516000, China)

The assay quantitative analysis was performed on a Kromasil C₁₈ column with a mobile phase of methanol-water-glacial acetic acid (50:48:2), and detection wavelength at 360nm. **RESULTS** Good linearity of rutin was showed within the range of 5.14~82.24 μg/mL ($r=0.9994$). The average recovery was 98.74%, and RSD was 1.5%. **CONCLUSION** The method is simple and accurate. It is suitable for the quality control of this preparation.

KEY WORDS M aodongqing capsule; rutin; HPLC

毛冬青胶囊是由毛冬青浸膏制成的单方制剂,经药理实验和临床应用证明,有扩张血管及抗菌消炎作用,对心血管疾病有较好的疗效。该药原标准收载于卫生部标准《中药成方制剂》(第七册),标准采用比色法测定提取物以无水芦丁计算,该法操作耗时,重现性欠佳,笔者拟采用高效液相色谱法测定芦丁的含量,以更好的控制其质量。

1 仪器与试剂

美国 SSI PC2002型高效液相色谱仪:包括 Model525型紫外检测器, SeriesII, II型输液泵, Ov-201C 柱温箱, ANASTAR 工作站;岛津 UV-160A 紫外可见分光光度计;瑞士 METTLER AE-240 电子天平; HS3120 超声波清洗器;芦丁对照品(中国药品生物制品检定所,批号:080-9002);毛冬青胶囊:由惠州某厂提供(批号:20040201、20040202、20041001)。水为重蒸水,甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Kromasil C₁₈ 色谱柱(250mm × 4.6mm, 5μm);流

动相:甲醇-水-冰醋酸(50:48:2);检测波长:360nm;柱温:35℃;流速:1mL/min;进样量:10μL。在此条件下,芦丁与其他组分能达到良好的分离,理论板数按芦丁峰计,不低于1800。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取芦丁对照品 10.28mg 置 50mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,备用。

2.3 供试品溶液的制备

取本品 10 粒,精密称定,取内容物约 0.38g 精密称定,精密加入甲醇 25mL,超声处理 30min 放冷,用甲醇补足减失的重量,滤过,弃去初滤液,精密吸取续滤液 2mL 置 25mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.4 空白对照试验

按成药处方制成不含毛冬青的阴性样品,照“2.3”项下方法制成阴性对照溶液。按上述色谱条件进样 10μL,结果表明阴性对照无干扰。图谱见图 1。

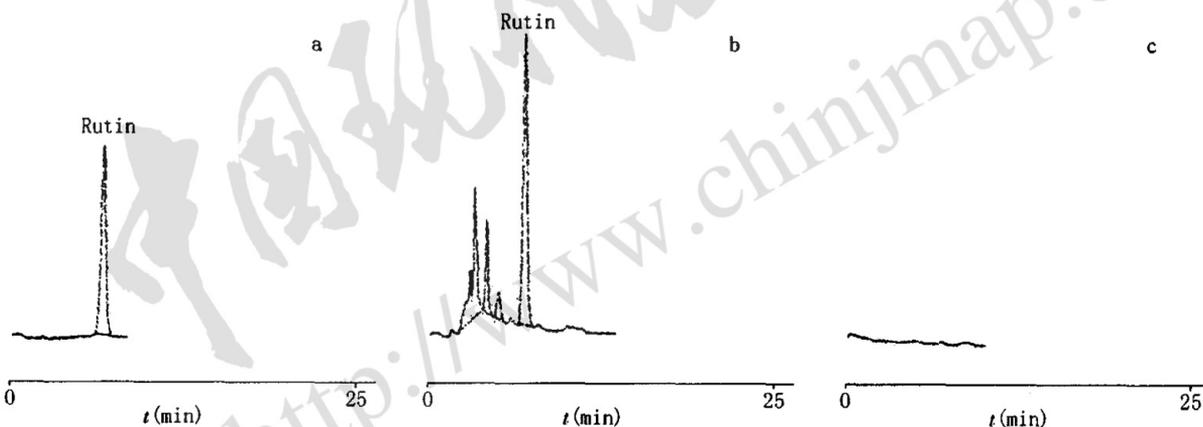


图 1 芦丁对照品(a)、供试品(b)、阴性对照品(c)色谱图 1. 芦丁($t=7.82\text{min}$)

Fig 1 HPLC chromatograms of standard(a), sample(b), blank sample(c) 1. rutin ($t=7.82\text{min}$)

2.5 线性关系考察

分别精密吸取“2.2”项下对照品溶液 0.25、0.5、1.0、2.0、4.0mL,分别置 10mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件,分别进样 10μL,以芦丁的浓度(μg/mL)为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)作图,回归方程为: $Y=9.31 \times 10^3 X - 3.26 \times 10^3$, $r=0.9994$, $n=5$ 芦丁在 5.14~82.24 μg/mL 浓度范围内线性关系良好。

2.6 稳定性试验

精密吸取同一供试品溶液,在 0、1、2、4、6h 分别进样测定峰面积, $RSD=0.12\%$,表明供试品溶液在 6h 内稳定性良好。

2.7 重复性试验

按“2.3”项下制备方法平行配制同一批供试品溶液共 5 份,分别进样测定芦丁的含量,结果 $RSD=1.69\%$ 。

2.8 加样回收试验

取已知含量的毛冬青胶囊(批号:20040201) 5 份,分别精密加入 25mL 含芦丁对照品的甲醇溶液(每 1mL 含芦丁对照品 0.154mg),按“2.3”项下制备,测得平均回收率为 98.74%, $RSD=1.5\%$ ($n=6$),结果见表 1。

2.9 样品测定

取样品按“2.3”项下方法制成供试品溶液,按上述色谱条件测定,结果见表 2。

表 1 回收率测定结果 ($n = 6$)

Tab 1 Results of recovery test($n = 6$)

	样品的量 (mg)	加入芦丁 的量 (mg)	测得芦丁 的量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	4.1063	3.85	7.91	98.80		
2	3.9084	3.85	7.74	99.52		
3	3.9533	3.85	7.80	99.91	98.74	1.5
4	3.8900	3.85	7.70	98.96		
5	3.9818	3.85	7.81	99.43		
6	3.9125	3.85	7.60	95.87		

3 讨论

3.1 采用紫外分光光度法对芦丁对照品的甲醇溶液进行扫描,结果芦丁在 359.5 nm 波长处有最大吸收,故选择 360 nm

表 2 样品测定结果

Tab 2 Determination results of samples

批号	含量 (mg 粒)
20040201	7.77
20040202	7.73
20041001	7.68

作测定波长。

3.2 实验比较了分别用甲醇和乙醇提取后的芦丁含量,结果乙醇提取所得芦丁含量较低且杂质峰多。而甲醇超声 30 min 与 60 min 提取所得的芦丁含量相差不大,采用流动相稀释后所得的图谱峰形好,柱效高。

收稿日期: 2005-03-14