

# 反相高效液相色谱法测定橘红胶囊中柚皮苷含量

陈 香

(江苏省镇江市药品检验所, 江苏 镇江 212003)

**摘要:**目的 建立测定橘红胶囊中柚皮苷含量的反相高效液相色谱法。方法 采用 Kromasil C<sub>18</sub> 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水-醋酸(35:61:4), 检测波长为 283 nm, 流速为 1.0 mL/min。结果 柚皮苷质量浓度线性范围为 21.76 ~ 108.80 μg/mL, 平均回收率为 98.47%, RSD = 0.66% (n = 6)。结论 所用方法简便、结果准确, 能有效控制橘红胶囊的质量。

**关键词:**橘红胶囊; 柚皮苷; 反相高效液相色谱法

中图分类号: R284.1; R286.0 文献标识码: A 文章编号: 1006-4931(2012)16-0040-02

## Determination of Naringin from Juhong Capsules by RP-HPLC

Chen Xiang

(Zhenjiang Institute for Drug Control, Zhenjiang, Jiangsu, China 212003)

**Abstract: Objective** To develop a RP-HPLC assay for the determination of naringin in Juhong Capsules. **Methods** The method was carried out on a Kromasil C<sub>18</sub> column. (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) using mobile phase consisted of CH<sub>3</sub>CN - H<sub>2</sub>O - HAc(35:61:4) at the flow rate of 1.0 mL/min and a 283 nm detection. **Results** The detector response for naringin is linear over the concentration range from 21.76 to 108.80 μg/mL. The average recovery was 98.47% with RSD of 0.66% (n = 6). **Conclusion** The method is simple, accurate and can be used for the quality control of Juhong Capsules.

**Key words:** Juhong Capsules; naringin; RP-HPLC

橘红胶囊是秉承中医理论并结合现代医学的研制方法创新制成的一种中成药, 由化橘红、陈皮、半夏等 12 种中药组方, 功能主治为清肺、化痰、止咳<sup>[1]</sup>。化橘红为芸香科植物化州柚或柚的未成熟或近成熟的干燥外层果皮, 柚皮苷为其主要有效成分。本试验通过反相高效液相色谱法测定橘红胶囊中柚皮苷的含量, 进一步提高了该药的质量标准, 现报道如下。

### 1 仪器与试剂

SK250LH 型超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司); BP211D 型电子天平(赛多利士); Agilent1100 型高效液相色谱仪, G1314A 型 VWD 检测器(美国安捷伦公司)。柚皮苷(C<sub>27</sub>H<sub>32</sub>O<sub>14</sub>)对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 110722-200309); 甲醇为色谱纯; 水为二次重蒸水; 橘红胶囊(批号分别为 100401, 100802, 091204, 四川美大康药业股份有限公司)。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件与系统适用性试验

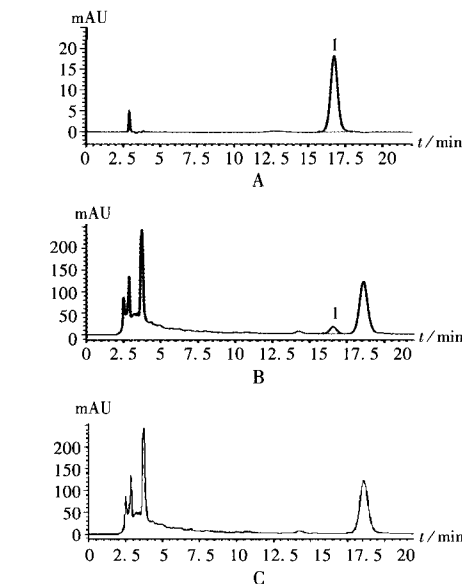
色谱柱: Kromasil C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-醋酸(35:61:4); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 30 °C; 进样量: 10 μL; 检测波长 283 nm; 理论板数: 5 814。高效液相色谱图见图 1。可见, 对照品溶液与供试品溶液色谱峰保留时间一致, 其他组分无干扰。

#### 2.4 样品含量测定

精密量取 3 份不同批次的样品, 按供试品溶液制备方法制备溶液, 分别取 20 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 按外标法以峰面积计算。结果批号为 080301, 080302, 080303 样品的含量分别为 100.5%, 99.8%, 99.9%。由此结果规定, 本品含盐酸伊伐布雷定以伊伐布雷定(C<sub>27</sub>H<sub>36</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)计为标示量的 90.0% ~ 110.0%, 3 批样品的含量均符合规定。

### 3 讨论

对辅料空白溶液进行了研究, 测试结果表明, 辅料对含量测定无干扰。本方法的建立为盐酸伊伐布雷定片质量的有效控制提



A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液  
图 1 高效液相色谱图

供了可靠依据。

### 参考文献:

- [1] 叶晓娟, 吴勇, 廖守主, 等. 伊伐布雷定的合成工艺改进[J]. 中国药物化学杂志, 2010, 20(2): 106-109.
- [2] 刘燕平, 王德才. 新型抗心绞痛药伊伐布雷定[J]. 中国新药杂志, 2008, 17(19): 1718-1720.
- [3] 高照, 李法琦. 伊伐布雷定减慢心率的研究现状[J]. 心血管病学进展, 2009, 30(6): 995-998.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 附录 XI, 附录 Xf.

(收稿日期: 2011-03-24; 修回日期: 2011-08-23)

# 《中国药典(二部)》葡萄糖酸钙注射液重金属检查法探讨

黄洁<sup>1</sup>, 李静静<sup>1</sup>, 刘鹏鸣<sup>1</sup>, 郭甜甜<sup>1</sup>, 单敏<sup>1</sup>, 翟晓庆<sup>2</sup>

(1. 陕西省西安市食品药品检验所, 陕西 西安 710054; 2. 西安交通大学医学院药理学系, 陕西 西安 710061)

**摘要:**目的 改进葡萄糖酸钙注射液重金属检查法。方法 采用2010年版《中国药典(二部)》重金属检查法,对4个陕西药厂生产的葡萄糖酸钙注射液的重金属进行检查,探讨制剂工艺中加入络合剂对重金属检查比色结果的影响,以及采用第二法进行重金属检查的葡萄糖酸钙注射液出现沉淀的原因。**结果与结论** 建议国家药典委员会对2010年版《中国药典(二部)》重金属检查第二法进行修订。

**关键词:**葡萄糖酸钙注射液;重金属检查法;络合剂;沉淀

中图分类号:R927.11;R977.7

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2012)18-0041-02

## Discussion on Heavy Metal Test Method of Calcium Gluconate Injection in Chinese Pharmacopoeia

Huang Jie<sup>1</sup>, Li Jingjing<sup>1</sup>, Liu Pengming<sup>1</sup>, Guo Tiantian<sup>1</sup>, Shan Min<sup>1</sup>, Zhai Xiaoqing<sup>2</sup>

(1. Xi'an Municipal Institute for Food and Drug Control, Xi'an, Shaanxi, China 710054; 2. Department of Pharmacy, Medical College, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, Shaanxi, China 710061)

**Abstract: Objective** To improve the heavy metal test method of calcium gluconate injection. **Methods** The heavy metal test method of the Chinese Pharmacopoeia (edition 2010, Vol. II) was adopted for detecting the heavy metals in calcium gluconate injection produced by 4 pharmaceutical factories in Shaanxi and investigating the influence of adding complexing agent in preparation process on the colorimetric Results of heavy metal test and the causes of precipitate appearing by the second method in heavy metal test method. **Results and Conclusion** It is suggested that the Chinese Pharmacopoeia Commission amends the second heavy metal test method in the Chinese Pharmacopoeia (edition 2010, Vol. II).

**Key words:** calcium gluconate injection; heavy metal test method; complexing agent; precipitation

葡萄糖酸钙注射液(规格10 mL:葡萄糖酸钙1 g)为钙补充剂,用于调节水盐、电解质及酸碱平衡,临床用于治疗钙缺乏症、

过敏性疾病、高镁血症、氟中毒的解救及心脏复苏等。按照2005年版《中国药典(二部)》中重金属检查法,葡萄糖酸钙注射液采用

### 2.2 溶液制备

精密称取柚皮苷对照品10.88 mg,置50 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成对照品储备液(每1 mL含柚皮苷217.6 μg)。再精密量取对照品储备液3 mL,置10 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液(每1 mL含柚皮苷65.28 μg)。取本品10粒内容物,精密称定,研细,取约1.0 g,精密稳定,置25 mL量瓶中,加甲醇适量超声30 min,放冷,甲醇加至刻度,摇匀过滤,取续滤液,即得供试品溶液。按处方比例称取除化橘红以外的其他几味药,按制备工艺制成阴性对照品溶液。

### 2.3 方法学考察

**标准曲线制备:**分别精密量取对照品储备液(217.6 μg/mL)1, 2, 3, 4, 5 mL,置10 mL容量瓶中,定容,摇匀,在拟订的色谱条件下进样分析,以峰面积(Y)为纵坐标、相应质量浓度(X)为横坐标绘制标准曲线,得回归方程 $Y=9.5262X-1.03$ ( $r^2=0.9999$ )。结果表明,柚皮苷质量浓度线性范围为21.76~108.80 μg/mL。

**精密度试验:**取同一柚皮苷对照品溶液,重复进样5次,记录峰面积。结果的RSD为0.6%(n=5)。

**重复性试验:**取同一批样品,依法制备供试品溶液5份,分别测定柚皮苷的含量,其平均含量为0.706 mg/粒,测得结果的RSD为0.6%(n=5)。

**稳定性试验:**在本试验条件下,取上述供试品溶液室温放置10 h,每隔一段时间进样10 μL记录峰面积。结果柚皮苷峰面积平均值为536.6, RSD为0.3%。

**加样回收试验:**取6份已知含量的样品(批号为100401)约0.5 g,精密称定,分别置25 mL容量瓶中,精密加入柚皮苷对照品储备液(217.6 μg/mL)各2.6, 3.2, 3.8 mL,照样品含量测定法测定。结果见表2。

表2 柚皮苷加样回收试验结果(n=6)

样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD(%)
0.700	0.566	1.256	98.23		
0.711	0.566	1.271	98.94		
0.695	0.696	1.378	98.13		
0.704	0.696	1.384	97.70	98.47	0.66
0.692	0.827	1.505	98.31		
0.712	0.827	1.535	99.52		

### 2.4 样品含量测定

取供试品溶液和对照品溶液,各进样10 μL,读取峰面积值,按外标法计算含量。结果批号分别为100401, 100802, 091204的样品中柚皮苷含量分别为0.706, 0.678, 0.710 mg/粒。

### 3 讨论

柚皮苷的最大吸收波长在283 nm,其他成分在该波长处无干扰,结合药典及参考文献,试验结果表明它能很好地满足样品中的组分测定。试验过程中曾尝试甲醇-水-醋酸(35:61:4)<sup>[2]</sup>、磷酸盐缓冲液-乙腈(4:1)<sup>[3]</sup>、甲醇-0.4%醋酸(40:60)、乙腈-水(30:70)为流动相,经比较,采用甲醇-水-醋酸(35:61:4),比例最佳,峰形及柱效较好。本试验测定结果可靠,方法简便,为橘红胶囊的质量控制提供了依据。

### 参考文献:

- [1] WS-305(Z-33)-99,国家药品监督管理局标准[S].
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:69.
- [3] 胡美芳, 瑞彬, 王波. 高效液相色谱法测定橘红冲剂中柚皮苷的含量[J]. 中国药业, 2005, 14(8): 40.

(收稿日期:2011-09-22)