

# 高效液相色谱法测定小儿百部止咳糖浆中橙皮苷的含量

邓亚利<sup>1</sup>, 丁世全<sup>2</sup>, 周莉玲<sup>1</sup>

(1. 广州中医药大学中药学院, 广州 510006; 2. 西安利君制药有限责任公司, 西安 710077)

**[摘要]** 目的 建立小儿百部止咳糖浆中橙皮苷的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法, 色谱柱: Kromasil C<sub>18</sub> (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-醋酸 (35: 61: 4); 流速: 1 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长: 283 nm; 以外标法测定。结果 橙皮苷在 0.444~2.220 μg 范围内, 橙皮苷进样量与峰面积值呈良好的线性关系 ( $r=0.999\ 9$ )。橙皮苷的平均回收率为 99.68%,  $RSD$  为 0.95%。结论 该法操作简便, 结果可靠, 为小儿百部止咳糖浆限量标准提供了科学依据。

**[关键词]** 小儿百部止咳糖浆; 橙皮苷; 陈皮; 枳壳; 色谱法, 高效液相  
**[中图分类号]** R286; R927.2 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1004-0781 (2007) 10-1227-02

小儿百部止咳糖浆的处方来源于卫生部药品标准中药成方制剂第 4 册, 标准编号 WS3-B-0684-91。处方由百部 (蜜制)、苦杏仁、桔梗等 11 味中药组成, 原标准仅有 2 项理化鉴别。本品后被《中华人民共和国药典》2005 年版一部收载, 增加了黄芩、陈皮的薄层鉴别, 黄芩苷的含量测定<sup>[1,2]</sup>。在此基础上笔者采用高效液相色谱 (HPLC) 法对方中陈皮、枳壳中的橙皮苷含量进行了测定, 与之相比, 成品标准仍有提高, 为本品的质量控制提供了新的依据。

## 1 仪器与试药

戴安 SUMMIT 高效液相色谱仪, DAD 检测器, 四元梯度泵, G2170AA 数据处理软件系统。橙皮苷对照品 (中国药品生物制品检定所提供, 批号: 110721-200211, 供含量测定用)。小儿百部止咳糖浆自制。甲醇为色谱纯试剂, 水为重蒸馏水, 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 C<sub>18</sub> (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-醋酸 (35: 61: 4); 流速: 1 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长: 283 nm。分别取对照品溶液 (0.133 2 mg·mL<sup>-1</sup>)、供试品溶液和阴性对照液 10 μL 注入色谱仪。理论板数按计算应不低于 2 000。阴性对照溶液不干扰样品的测定。

### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取橙皮苷对照品 5.55 mg 置 25 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密吸取 6 mL 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 制成每 1 mL 含 133.2 μg 的溶液, 作为对照品溶液。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 精密吸取口服液 3 mL, 置 25 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液<sup>[3]</sup>。

**2.2.3 阴性对照液的制备** 按制备工艺, 制成缺陈皮、枳壳的阴性对照品, 按“2.2.2”项下方法, 制得阴性对照溶液。

**2.3 系统适应性实验** 取阴性对照品溶液 10 μL, 按上述色谱

条件测定, 结果在与橙皮苷对照品色谱峰相应的位置上, 供试品溶液有相同保留时间的色谱峰, 而阴性液在此位置无色谱峰。

**2.4 线性关系考察** 精密称取橙皮苷对照品 5.55 mg 置 25 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀制成每 1 mL 含 0.222 mg 的溶液, 从中精密吸取 2, 4, 6, 8, 10 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 分别制成浓度为 0.044 4, 0.088 8, 0.133 2, 0.177 6, 0.222 0 mg·mL<sup>-1</sup> 的对照品溶液, 各分别精密吸取 10 μL, 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 以峰面积 ( $Y$ ) 值对进样量 ( $X$ ), 进行线性回归, 得线性方程:  $Y = 64.371X + 0.158\ 6$ ,  $r = 0.999\ 9$ 。结果表明, 橙皮苷在 0.444~2.220 μg 范围内, 橙皮苷量与峰面积值呈良好的线性关系。

**2.5 精密度实验** 精密吸取对照品溶液 (0.133 2 mg·mL<sup>-1</sup>) 10 μL, 连续测定 6 次, 得橙皮苷面积积分值, 结果  $RSD = 0.51\%$ 。

**2.6 稳定性实验** 取供试品溶液、对照品溶液, 按上述条件, 每隔 2 h 进样测定一次, 测得橙皮苷峰面积积分值, 计算  $RSD$  分别 1.15% 和 0.36%。结果色谱峰面积在 8 h 内基本无变化, 表明本实验条件下, 供试品溶液、对照品溶液稳定性良好。

**2.7 重复性实验** 取同一批号的样品溶液 6 份, 按上述处理方法重复操作 6 次,  $RSD$  为 1.98%。

**2.8 回收率实验** 采取加样回收法, 精密吸取已知含量的样品 (1.329 mg·mL<sup>-1</sup>) 1.5 mL, 置 25 mL 容量瓶中, 再精密加入橙皮苷对照品 2 mg, 分别加入样品中, 按供试品溶液制备方法制备, 并按上述色谱条件测试, 计算回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果

取样量/ g	样品含量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均值/ %	$RSD$ / %
1.508 5	1.979 2	2.000 0	3.952 3	98.66		
1.516 1	1.989 1	2.000 0	4.020 2	101.56		
1.491 4	1.956 7	2.000 0	3.918 0	98.06	99.68	0.95
1.549 3	2.032 7	2.000 0	3.985 9	97.66		
1.497 1	1.964 2	2.000 0	3.966 0	100.09		
1.512 9	1.984 9	2.000 0	4.026 3	102.07		

**2.9 样品测定** 小儿百部止咳糖浆 3 批, 按上述方法处理后测定。结果见表 2。

**[收稿日期]** 2007-02-20  
**[作者简介]** 邓亚利 (1970 -), 女, 陕西西安人, 副主任药师, 博士, 主要从事药物新剂型、新技术研究。电话: 020-80958197, E-mail: topsundy@126.com。

表 2 3 批样品中橙皮苷的含量测定结果			mg · mL <sup>-1</sup>
批号	橙皮苷含量		平均含量
	1	2	
1	1.324	1.334	1.329
2	1.299	1.275	1.287
3	1.311	1.301	1.306

3 讨论

对本品进行波谱扫描,结果在 283 nm 处有最大吸收,与《中华人民共和国药典》2005 年版一部陈皮药材含量测定项下检测波长一致;对甲醇-水-醋酸不同比例的流动相比较,以甲醇-水-醋酸(35:61:4)为流动相时与杂质峰分离较好。

《中华人民共和国药典》2005 年版一部黄芩药材含量测定的检测波长为 276 nm,小儿百部止咳糖浆中黄芩苷的检测波长为 280 nm,流动相均为甲醇:水:磷酸(45:55:0.08),与本实验中橙皮苷的含量测定检测波长及流动相相近<sup>[4,5]</sup>。如果能在同一色谱系统中检出黄芩苷和橙皮苷,有利于简化含量测定

程序,提高质量标准,有待于进一步研究。

本品处方中陈皮、枳壳均含有橙皮苷,HPLC 法测定小儿百部止咳糖浆中橙皮苷的含量,专属性虽不强,但以两者中橙皮苷总量为指标,仍有利于控制成品质量,提高质量标准。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[Z]. 北京:化学工业出版社,2005:132,211,343.

[2] 陈丽云,苏薇薇,周旋,等. 小儿百部止咳糖浆质量标准研究[J]. 中药材,2002,25(1):44-45.

[3] 张俊芳,席志芳,贾科伟. 小儿上感口服液液中橙皮苷含量的测定[J]. 西北药学杂志,2004,19(8):165.

[4] 傅军,陈晓颖,李焕丹,等. 保和口服液中橙皮苷的 HPLC 测定[J]. 中药材,2005,28(12):1115-1116.

[5] 李可强. HPLC 法测定止咳颗粒中橙皮苷的含量[J]. 辽宁中医杂志,2005,32(17):1078.

# 气相色谱-质谱法分析景天三七挥发性成分

李忠红<sup>1</sup>,胡浩彬<sup>1</sup>,廖学威<sup>2</sup>,杜冠华<sup>3</sup>

(1. 江苏省药品检验所,南京 210008;2. 南京师范大学分析测试中心,南京 210097;3. 中国医学科学院中国协和医科大学药物研究所,北京 100050)

[摘要] 目的 对景天三七药材中挥发性成分进行鉴定。方法 对景天三七的石油醚提取物成分采用气相色谱-质谱(GC-MS)法进行分析。色谱条件:DB-5 ms 石英毛细管柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm),柱温 40℃保持 1 min,程序升温 8℃·min<sup>-1</sup>至 280℃,保持 30 min。进样口温度 260℃,保持 0.2 min,程序升温 50℃·min<sup>-1</sup>至 280℃,保持 0.5 min。进样量 1 μL,分流比 1:10。质谱离子化模式:EI 源,质量扫描范围 40~650 m/z。结果 鉴定了石油醚提取物中的大多数成分。结论 景天三七中挥发性成分主要为植物甾醇、长链脂肪酸及其酯类。

[关键词] 景天三七;挥发性成分;气相色谱-质谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1004-0781(2007)10-1228-02

景天三七为景天科植物景天三七(*Sedum aizoon* L.)的干燥全草,又名土三七、细叶费菜、见血散等。江苏为景天三七主产地之一,南通、镇江等地均有野生与种植。景天三七具有散瘀、止血、安神除烦的功能<sup>[1]</sup>。有报道认为,景天三七对心血管系统有一定作用<sup>[2]</sup>,新鲜景天三七可治疗卒中<sup>[3]</sup>,在老年病的治疗中也具有一定的应用前景<sup>[4]</sup>;由景天三七制备的注射剂对出血性疾病疗效较好,且有镇痛作用<sup>[5]</sup>。可见景天三七具有一定的药用价值。景天三七药材质量标准曾经收录于《中华人民共和国药典》1977 年版一部,后因为缺乏足够的基础研究,以后的各版均未再收载。

目前,国内外对景天三七的研究较少,本次采用各种现代研究方法对其进行了一系列的研究,以期能够阐明它的有效成分与作用机制,充分开发与利用这一药材资源。前期药理活性

研究结果显示,景天三七的石油醚提取物与乙醇提取物部分均有良好的抗氧化活性。笔者对这两部分成分进行了研究,本次着重报道采用气相色谱-质谱(GC-MS)法对石油醚提取物中挥发性成分的鉴定。

1 仪器与材料

1.1 仪器 Varian GC3800/MS2200 气质联用仪。

1.2 材料 景天三七药材由南通精华药业有限公司提供,经江苏省药品检验所鉴定为景天三七。

1.3 药材石油醚提取物 药材粉碎后,用石油醚(60~90℃)加热回流提取 3 次,合并提取液,减压回收溶剂,得石油醚提取物。

2 方法与结果

2.1 色谱及质谱条件 DB-5 ms 色谱柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm),柱温 40℃保持 1 min,程序升温 8℃·min<sup>-1</sup>至 280℃,保持 30 min。进样口温度 260℃,保持 0.2 min,程序升温 50℃·min<sup>-1</sup>至 280℃,保持 0.5 min。进样量 1 μL,分流比 1:10。质谱离子化模式:EI 源,质量扫描范围 40~650 m/z。

[收稿日期] 2007-01-30

[作者简介] 李忠红(1968-),女,江苏南京人,副主任药师,博士,主要从事药物分析研究。电话:025-83307598, E-mail: lizhb402@sohu.com。