

高效液相色谱法测定东贝止咳液中柚皮苷的含量

梁远园 苏雪芬 黄宇平

【摘要】 目的 高效液相色谱法测定东贝止咳液中柚皮苷的含量。**方法** 采用 Diamonsil C₁₈ 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (22:78); 流速为 0.8 ml/min; 检测波长: 278 nm。**结果** 柚皮苷的纯度范围为 0.2 ~ 1.0 μg, 平均回收率 101.29%, RSD = 3.44% (n = 5), 测得 3 批样品中柚皮苷的含量为 0.1579、0.1771、0.1678 mg/ml。**结论** 本实验建立的方法具有简便、准确、可重复的特点, 可用于东贝止咳液的质量控制。

【关键词】 东贝止咳液; 柚皮苷; 高效液相色谱法

Determination of Naringin in Dongbeizhike Oral Liquid by HPLC LIANG Yuan-yuan, SU Xue-feng, HUANG Yu-ping. New Drug Research Center, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou, 510006, China

【Abstract】 Objective To establish a method for the content determination of naringin in Dongbeizhike oral liquid by HPLC. **Methods** HPLC was performed with Diamonsil C₁₈ column (4.6 × 250 mm, 5 μm); CH₃ CN-H₂O (22:78) served as mobile phase and the detection wavelength was at 278nm, the flow rate being 0.8 ml/min. **Results** The content of naringin ranged 0.2 ~ 1.0 μg, the average recovery was 101.29% with RSD 3.44% (n = 5). **Conclusion** This method is simple, sensitive, specific and can be used for the quality control of Dongbeizhike oral liquid.

【Key words】 Dongbeizhike Oral Liquid; Naringin; HPLC

东贝止咳液是在广州中医药大学第一附属医院经验方基础上, 自行开发的一种中药复方制剂。由贝母、枳壳、枇杷叶等药组成, 具有清热化痰、降气利咽、止咳、去痰、平喘的功效^[1], 临床上用于治疗感冒、急慢性咽炎、急慢性支气管炎引起的咳嗽、咽痛等症。枳壳是方中主药之一, 柚皮苷为其主要有效成分, 具有破气消积、化痰散痞等功效^[2]。柚皮苷的含量测定方法较多^[3,4], 但对该制剂进行含量测定的报道很少^[5]。为了较好地进行该方的质量控制, 我们采用高效液相色谱法测定柚皮苷的含量, 结果表明, 方法具有简便、准确、重现性好的特点, 可用于该方的质量控制。

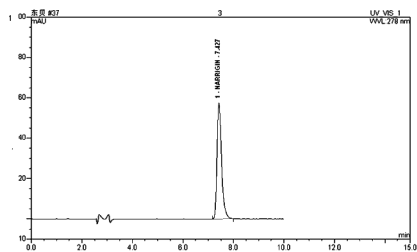
1 仪器与试剂

DIONEX SUMMIT 高效液相色谱仪 (P680 Pump, ASI-100 自动进样器, 柱温箱, DAD 检测器) (美国); Satorius 电子分析

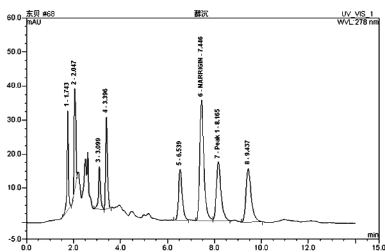
天平 (Satorius Co. Ltd. Germany); 柚皮苷对照品 (供含量测定用, 批号: 110722-200610) 由中国药品生物制品检定所提供; 东贝止咳液: 广州中医药大学新药开发研究中心提供, 批号: 001、002、003; 枳壳壳阴性供试品: 广州中医药大学新药开发研究中心提供; 乙腈为默克公司产品; 水为纯化水, 化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果

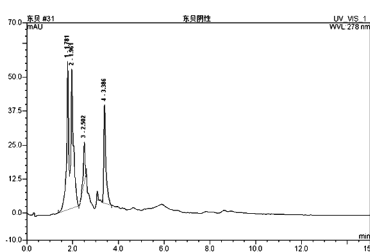
2.1 色谱条件 色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈: 水 (22:78) 为流动相, 流速为 0.8 ml/min; 柱温: 25 °C; 检测波长: 278nm。理论塔板数: 以柚皮苷峰计算, 不得低于 3000。柚皮苷的保留时间为 7.415 min, 并且与其他组分分离良好。高效液相色谱图见图 1, 2, 3。



柚皮苷对照品溶液 HPLC 色谱图



东贝止咳液供试品 HPLC 色谱图



枳壳壳药材 HPLC 色谱图

2.2 对照品溶液的制备 精密称取柚皮苷标准品 10 mg, 置 50 ml 量瓶中, 用甲醇适量, 超声溶解后, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得 (每 1 ml 中含柚皮苷 0.2 mg)。

作者单位: 510006 广州市中医药大学新药开发研究中心 (梁远园); 广州市中医药大学基础医学院 (苏雪芬); 广州市药业股份有限公司 (黄宇平)

2.3 供试品溶液的制备 精密吸取药液 1 ml, 加无水乙醇 25 ml, 醇沉, 过滤, 挥干滤液, 残渣加甲醇, 定容至 5 ml, 作为供试品。

2.4 线性关系考察 精密吸取上述对照品溶液 1、2、3、4、5 μl, 依上述的色谱条件进样测定, 以峰面积 Y 对浓度 X (μg) 进行线性回归, 得回归方程为 Y = 20.8088X - 0.6075, r = 0.9999, 线性范围为 0.2 ~ 1.0 μg。

2.5 精密度试验 精密吸取对照取溶液 2 μl, 重复进样 5 次, 柚皮苷峰面积 RSD 为 1.20% (n=5)。

2.6 稳定性试验 精密对照品溶液 2 μl, 分别于第 0、2、4、7 和 10 h 进样, 测定 5 次, 柚皮苷峰面积的 RSD = 0.63%。结果表明, 对照品溶液在 10 h 内均稳定, 故须在 10 h 内完成测定。

表 1 柚皮苷加样回收率试验

供试品量中柚皮苷含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.2081	0.20	0.6181	105.10	101.29	3.44
0.2041	0.20	0.6081	102.02		
0.1967	0.20	0.5960	99.64		
0.2045	0.20	0.6115	103.50		
0.1899	0.20	0.5823	96.20		

2.9 样品测定 分别取 3 批样品约 0.3 g, 精密称定, 按“2.3”项下制备供试品溶液, 按上述色谱条件, 进样测定, 结果见表 2。

表 2 样品中柚皮苷的含量测定结果 (n=3)

批号	柚皮苷的含量 (mg/ml)	RSD (%)
001	0.1579	1.26
002	0.1771	1.18
003	0.1678	0.98

3 讨论

通过预实验对不同流动相进行考察, 证明以乙腈-水 (22:78) 为流动相, 得到很好的分离效果且峰形良好。

2.7 重现性试验 取同一批次供试品 5 份, 依“2.3”项下制备供试品溶液, 按上述色谱条件进样测定, 结果柚皮苷含量 RSD 为 0.41%。

2.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品适量, 精密加入柚皮苷对照品, 按“2.3”项下制备供试品溶液, 按上述色谱条件进样测定峰面积, 计算回收率, 结果见表 1。

参 考 文 献

[1] 潘华新, 梁瑞燕, 曹柳英, 等. 东贝止咳液止咳、祛痰、平喘作用研究. 广州中医药大学学报, 2006, 23(6): 503-508.
[2] 中国药典委员会. 中药药典 (一部). 北京: 化学工业出版社, 2005: 171.
[3] 顾雪竹, 毛淑杰, 程立平, 等. 辅料麦麸炮制对枳壳成分的影响. 中国实验方剂学杂志, 2008, 14(10): 26-27.
[4] 李洪君, 刘艳君, 赵宇, 小儿喜食糖浆中柚皮苷的含量测定. 黑龙江医药, 2009, 22(3): 251-253.
[5] 冯彪, 祝晨薇, 薄层扫描法测定东贝止咳液中橙皮苷的含量. 广东药学, 2002, 12(4): 11-12.

· 临床医学 ·

超声显像对浅表肿大淋巴结良、恶性的鉴别诊断价值

杨一敏 许伟伟 关兴

【摘要】 目的 探讨超声显像对浅表淋巴结良、恶性病变的鉴别诊断价值。**方法** 回顾性分析 60 例患者 70 个浅表肿大淋巴结形态、长径与横径比值, 内部回声、彩色多普勒 (CDFI) 特征。**结果** 良性肿大淋巴结形态多为椭圆形, 长径与横径之比多 ≥ 2 , 可显示淋巴门, 皮髓质分界清楚, 髓质居中, CDFI 显示为淋巴门型血流, 恶性转移性淋巴结肿大形态多为圆形, 长径与横径之比 < 2 , 淋巴门结构不清, 髓质结构消失, 呈单一的低回声或弱回声, CDFI 显示血流分布多呈非淋巴门型。**结论** 超声显像对浅表淋巴结良、恶性鉴别有重要意义, 为临床诊疗策略的制定具有重要参考价值。

【关键词】 超声检查; 浅表淋巴结; 诊断; 鉴别

临床以浅表淋巴结肿大就诊的患者非常常见, 临床医生需要有效的方法帮助鉴别其良、恶性, 以采取正确的进一步的诊疗策略。传统临床医生依靠触诊及病史来诊断淋巴结肿大, 但无法确定淋巴结的性质。本文对 60 例浅表淋巴结肿大患者的声像图进行分析, 目的是探讨高频超声显像对浅表淋巴结肿大良、恶性的鉴别诊断价值。

1 资料与方法

1.1 一般资料 回顾性分析 2008 年 1 月至 2011 年 2 月超

声检查的 60 例患者 70 个浅表肿大的淋巴结。其中, 良性反应增生性肿大淋巴结组 45 例 50 个淋巴结, 恶性淋巴结肿大组 15 例 20 个淋巴结, 均为转移性。70 个肿大淋巴结分别位于颈部 45 例 (64.3%)、腋窝 15 例 (21.4%)、腹股沟 9 例 (12.9%)、其他部位 1 例 (1.4%)。15 例转移性淋巴结肿大组织来源: 甲状腺癌 4 例、乳腺癌 6 例、腹膜后肿瘤 1 例、肺癌 2 例、纵膈肿瘤 2 例。所有病例均经手术病理、超声随访及临床证实。因恶性淋巴瘤及淋巴结核积累资料极少, 故本组资料中未包括上述两种浅表淋巴结疾病。

1.2 仪器与方法 采用 GE Vivid3 型和 GE Logiq5 型及 Philips5500 型和 HD3 型彩色多普勒超声诊断仪, 探头频率 5.5 ~

作者单位: 753000 宁夏石嘴山市第二人民医院功能科 B 超室
通讯作者: 杨一敏
万方数据