

广陈皮

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 × 4.6mm (P/N:5020-07346)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GL0008 2mL透明瓶 带刻度+GL0143 红膜白胶垫片)
- MPA-200 电动移液枪 (1065-43503)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 广陈皮-含量测定

药典对比: 修订, 新增广陈皮的含量测定方法

原 2015 版药典同陈皮检测方法, 测定“橙皮苷”

色谱条件与系统适用性试验: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-醋酸-水 (35:4:61) 为流动相; 检测波长为 283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备: 取橙皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.4mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品粗粉约 1g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C) 80ml, 加热回流 2~3 小时, 弃去石油醚, 药渣挥干, 加甲醇 80ml, 再加热回流至提取液无色, 放冷, 滤过, 滤液置 100ml 量瓶中, 用少量甲醇分数次洗涤容器, 洗液滤入同一量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

现 2020 版药典测定“橙皮苷”、“川陈皮素”和“桔红素”。

【溶液配制】

对照品溶液的制备: 取橙皮苷对照品、川陈皮素对照品、桔红素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含橙皮苷 0.2mg、川陈皮素 25 μ g、桔红素 15 μ g 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品粗粉 (过二号筛) 约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 300 W, 频率: 40kHz) 45 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

【系统适用性要求】 理论板数按橙皮苷峰和川陈皮素峰计算应不低于 2000。

1.3 色谱条件

色谱柱：InertSustain C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (P/N:5020-07346)

流动相：以乙腈为流动相 A，水为流动相 B，按下表中规定进行梯度洗脱

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)	检测波长(nm)
0~10	22	78	283
10~20	22~48	78~52	283
20~35	48	52	330

流速：1ml/min

柱温：25 $^{\circ}$ C

检测波长：283/330nm

进样量：5 μ l

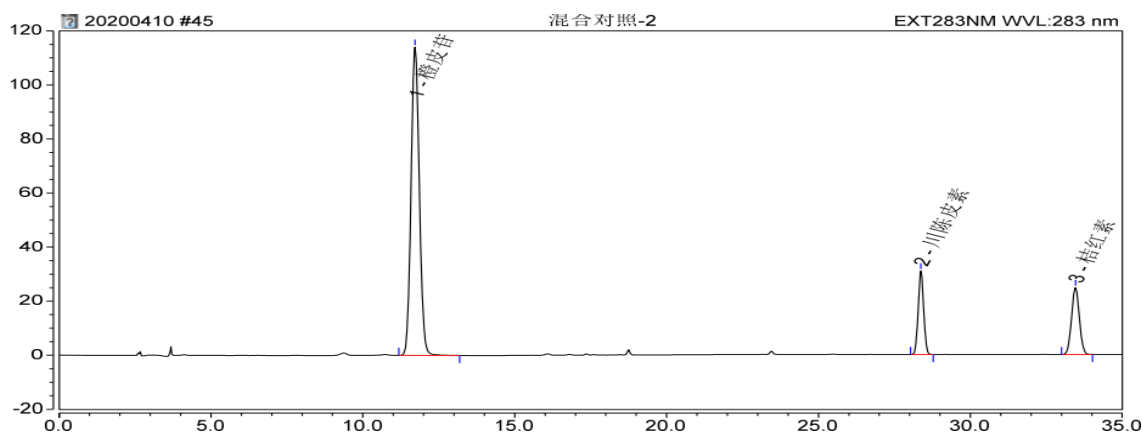
柱压：108 bar

仪器型号：Thermo Ultimate 3000

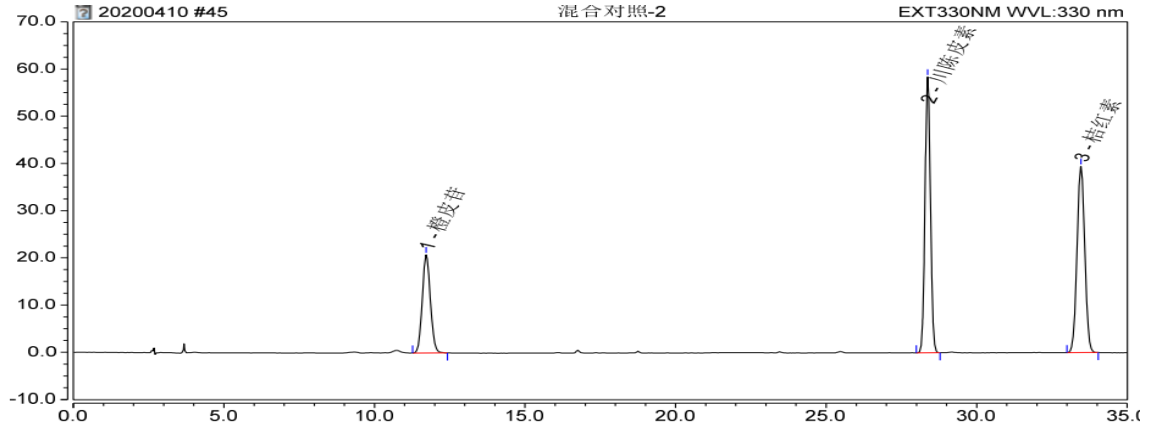
检测器：DAD

2. 实验结果与讨论

对照品图谱：



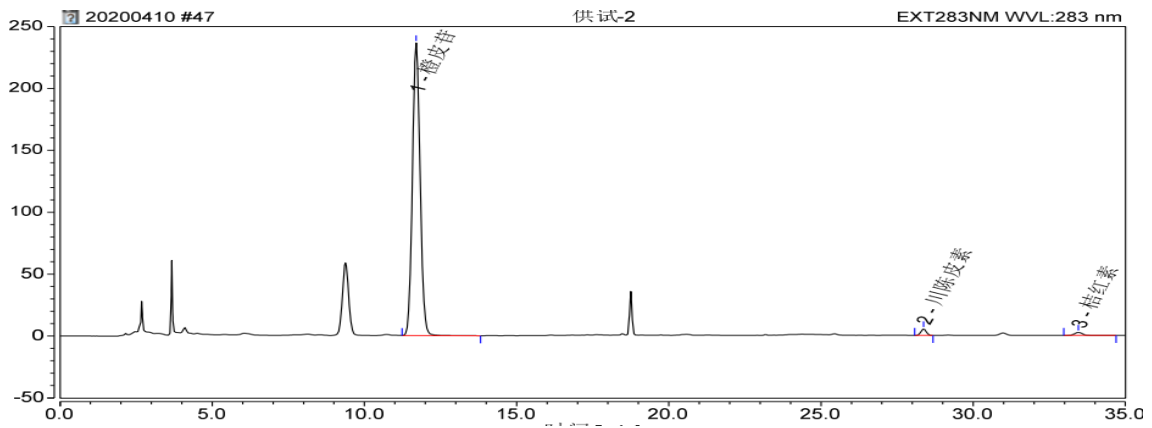
检测波长283nm下的图谱



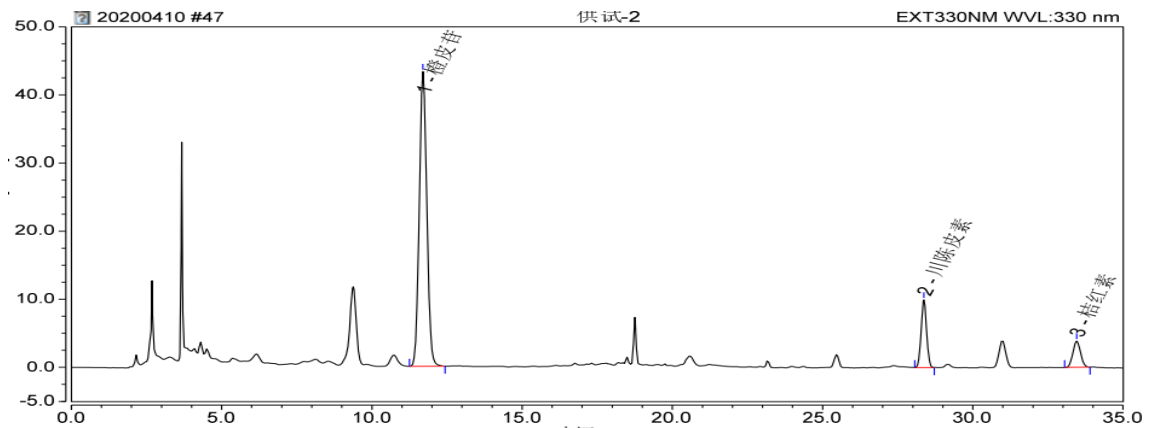
检测波长330nm下的图谱

序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	橙皮苷	11.717	35.752	114.061	8973	1.09
2	川陈皮素	28.373	12.272	58.457	115038	1.03
3	桔红素	33.460	11.773	39.450	79045	1.03

供试品图谱:



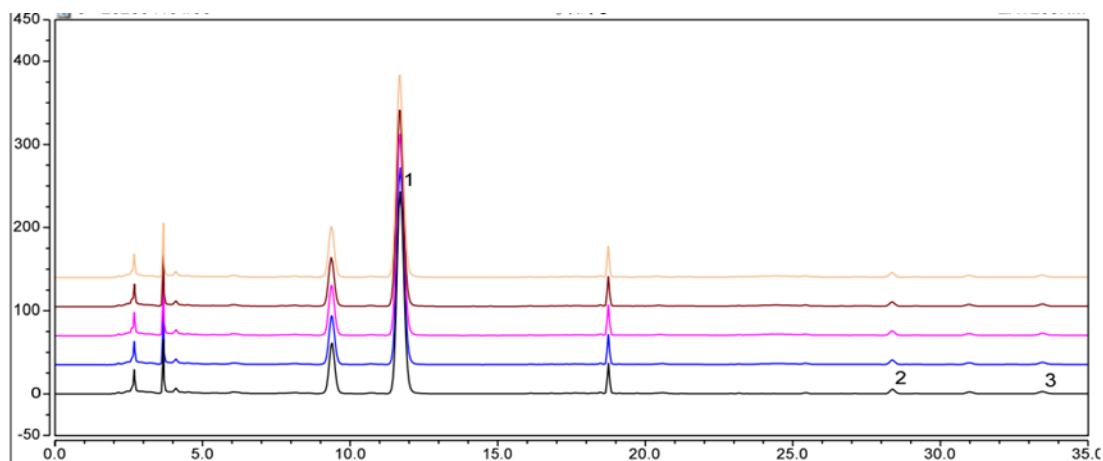
检测波长283nm下的图谱



检测波长330nm下的图谱

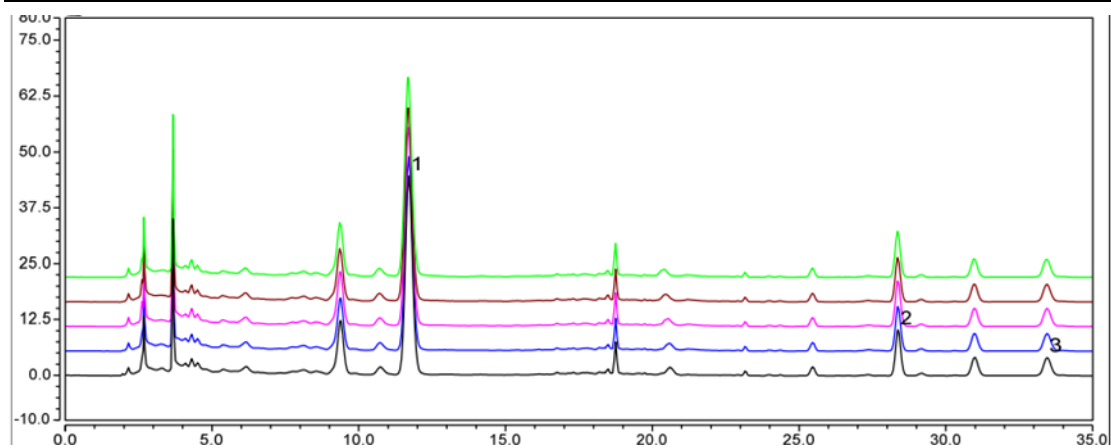
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	橙皮苷	11.700	69.037	236.443	10310	1.07	
2	川陈皮素	28.367	2.089	9.954	115163	1.05	
3	桔红素	33.453	1.137	3.873	84056	1.03	

重现性:



橙皮苷

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	11.700	70.783	242.607	10304	1.08	/
2	11.700	69.037	236.443	10310	1.07	/
3	11.690	70.582	242.016	10309	1.08	/
4	11.680	68.927	235.755	10203	1.08	/
5	11.677	70.858	242.984	10333	1.09	/



川陈皮素

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	28.373	2.148	10.252	115995	1.03	12.67
2	28.367	2.089	9.954	115163	1.05	12.78
3	28.367	2.140	10.179	114816	1.04	12.57
4	28.363	2.087	9.962	115334	1.03	12.69
5	28.357	2.147	10.218	114674	1.05	12.69

桔红素

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	33.457	1.170	3.986	81340	1.02	/
2	33.453	1.137	3.873	84056	1.03	/
3	33.453	1.159	3.956	79495	1.01	/
4	33.443	1.136	3.859	82193	1.03	/
5	33.437	1.158	3.959	82504	1.03	/

3. 结论

橙皮苷、川陈皮素和桔红素按照新 2020 版含量检测方法检测，供试品理论塔板数分别为 10310, 115163, 84056, 且 5 次重复实验理论塔板数及保留时间没有下降, 故 Inertsustain C18 适用于 2020 版药典广陈皮检测项下含量分析。

说明：本次实验条件按照药典公示稿进行，无改动。