

妇炎消胶囊中非法成分土大黄苷的检测

蒋永海, 朱辉(浙江绍兴市食品药品检验所, 浙江 绍兴 312071)

摘要: 目的 建立妇炎消胶囊中非法成分土大黄苷的定性检测方法。方法 采用薄层色谱法、高效液相色谱法对怀疑有非法成分土大黄苷的妇炎消胶囊进行分离分析, 并采用高效液相色谱-二极管阵列检测法对其进行定性鉴别。结果 在妇炎消胶囊中检测有非法成分土大黄苷。结论 该方法专属性强、灵敏度高、操作简便, 可作为检测非法成分土大黄苷的有效方法。

关键词: 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 妇炎消胶囊; 土大黄苷; 非法成分; 高效液相色谱-二极管阵列检测法

中图分类号: R284.1

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)10-0959-03

Determination of Rhaponticin Illegally Added in Fuyanxiao Capsules

JIANG Yonghai, ZHU Hui(Shaoxing Food and Drug Control, Shaoxing 312071, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for determination of rhaponticin illegally added in Fuyanxiao capsules. **METHODS** TLC and HPLC were employed to isolate and analyze the extract from Fuyanxiao capsules suspected of illegal composition of rhaponticin, and rhaponticin was identified by HPLC-DAD. **RESULTS** Fuyanxiao capsules were detected to contain illegal composition of rhaponticin. **CONCLUSION** The established method is specific, sensitive and convenient. It can be used efficiently for control and surveillance of illegal composition of rhaponticin in Fuyanxiao capsules.

KEY WORDS: TLC; HPLC; Fuyanxiao capsules; rhaponticin; illegal composition; HPLC-DAD

妇炎消胶囊是由败酱草、牡丹皮、大黄、乌药等制备而成的胶囊剂, 临床主要用于治疗痛经、妇科炎症^[1]。方中大黄为一种使用广泛的中药材, 具有泻热通肠、凉血解毒、逐瘀通经的功效。中国药典 2005 年版在检查项下规定土大黄苷的检测, 土大黄苷与正品大黄在化学成分和功能主治上有所差异(土大黄苷几乎无泻下清火作用), 同时在价格上也相差较大^[2]。在药品中擅自以伪品充正品投料, 是当前药品制假售假的新动向。为了有效的打击这种违法行为, 笔者运用 TLC 和 HPLC 对妇炎消胶囊中以伪品特有成分土大黄苷进行检测, 在样品中检出土大黄苷, 现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司)。

1.2 试剂

醋酸乙酯、丁酮、甲苯、甲酸乙酯、丙酮、甲醇、甲酸和三氯甲烷试剂均为分析纯(上海试剂厂); 甲醇和乙腈为色谱纯(美国 TEDIA “天地”试剂公司); 水为高纯水; 薄层层析板: 硅胶 G 预制板(烟台市化学工业研究所)放干燥器中备用; 土大

黄苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110794-200504, 供定性鉴别); 妇炎消胶囊样品(贵州某制药有限公司, 批号: 20090907, 为大黄伪品投料); 阴性对照样品: 妇炎消胶囊正品(贵州某制药有限公司, 批号: 20100308)。

2 方法与结果

2.1 TLC 检测

2.1.1 供试品溶液制备 取妇炎消胶囊样品 0.1 g, 研细, 置锥形瓶中, 加甲醇 10 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液作为供试品溶液^[3]。

2.1.2 阴性样品溶液制备 取阴性对照样品 0.1 g, 置锥形瓶中, 加甲醇 10 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液作为阴性样品溶液。

2.1.3 对照品溶液制备 取土大黄苷对照品, 加甲醇制成每 1 mL 约含 0.5 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.1.4 分析方法和结果 ①吸取供试品溶液、对照品溶液和阴性样品溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:7:1:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。②吸取供试品溶液、对照品溶液和阴性样品溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G

作者简介: 蒋永海, 男, 副主任中药师

Tel: (0575)88338271

E-mail: jyh1616@sina.com

薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-甲酸-水(20:7:0.4:0.6)为展开剂,展开,取出,晾干,在置紫外光灯(365 nm)下检视。③吸取供试品溶液、对照品溶液和阴性样品溶液各 5 μ L,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲酸-甲醇(7.5:1.25:1.25:0.025:5)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。结果供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,均显相同持久蓝紫色的荧光斑点。结果见图 1。

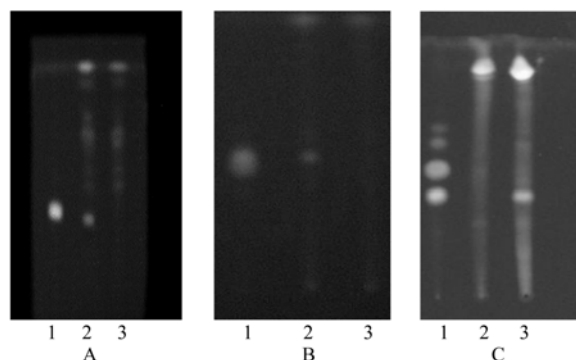


图 1 薄层色谱图

A-展开剂:醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:7:1:1); B-展开剂:三氯甲烷-甲醇-甲酸-水(20:7:0.4:0.6); C-甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲酸-甲醇(7.5:1.25:1.25:0.025:5); 1-土大黄苷; 2-妇炎消胶囊样品; 3-阴性对照样品

Fig 1 TLC chromatograms

A-developer: acetic ether-butanone-2-formic acid-H₂O(10:7:1:1); B-developer: CHCl₃-CH₃OH-HCOOH-H₂O(20:7:0.4:0.6); C-developer: C₆H₅CH₃-CH₃COOCH₃-CH₃COCH₃-HCOOH-CH₃OH(7.5:1.25:1.25:0.025:5); 1-rhaponticin; 2-Fuyanxiao sample; 3-negative control sample

2.2 HPLC 检测

2.2.1 色谱条件 色谱柱 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μ m)柱温: 30 $^{\circ}$ C, 流动相: 乙腈-甲醇-水(6:25:69), 检测波长为 320 nm, 进样量为 10 μ L。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取土大黄苷对照品 2 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加 50%甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2.3 分析方法和结果 取“2.1.1”项下供试品溶液、“2.2.2”项下对照品溶液和“2.1.2”项下阴性样品溶液各 10 μ L 分别注入高效液相色谱仪中, 记录色谱图。色谱图见图 2。如有与对照品色谱相应位置上呈现相同的色谱峰, 照 HPLC 法采用 DAD 检测器对 210~390 nm 进行全波长扫描, 其供试品的扫描图与对照品的扫描图相一致, 相似度为 99.9%, 二极管阵列图谱见图 3。

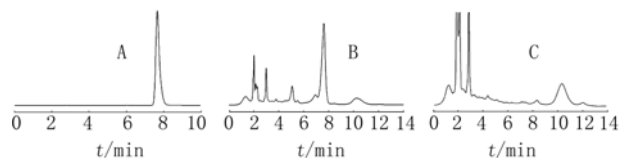


图 2 HPLC 图

A-土大黄苷; B-妇炎消胶囊样品; C-阴性对照样品

Fig 2 HPLC chromatograms

A-rhaponticin; B-Fuyanxiao sample; C-negative control sample

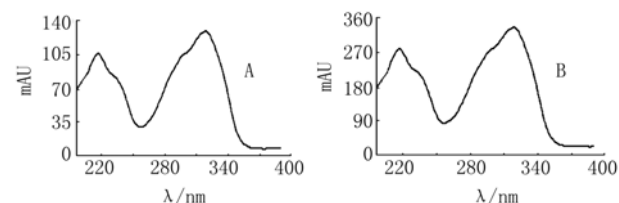


图 3 高效液相-二极管阵列检测 UV 图谱

A-土大黄苷; B-妇炎消胶囊样品

Fig 3 UV chromatograms of HPLC-DAD

A-rhaponticin; B-Fuyanxiao sample

3 讨论

国家食品药品监督管理局尚未颁布妇炎消胶囊中检测非法成分土大黄苷的补充检验方法,也未见有妇炎消胶囊中非法成分土大黄苷检测的报道。为此,笔者根据国家食品药品监督管理局颁布的非法成分土大黄苷检测补充检验方法^[4-6]以及相关报道^[7-8],建立了此类非法成分土大黄苷的检验方法。

中国药典 2010 年版一部对大黄中土大黄苷检测用纸层析进行控制,由于检测过程中,土大黄苷在此方法下易分解,故采用薄层色谱法。为了慎重起见,笔者对这些非法成分土大黄苷的药品采用三种不同的 TLC 展开系统、不同的高效液相色谱仪(Waters e2695 高效液相色谱仪和 Agilent 1100 高效液相色谱仪)、不同的柱子色谱柱[色谱柱 1: Agilent ZORBAX SB-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μ m), 色谱柱 2: Agilent Eclipse XDB-C₈ (150 mm×4.6 mm, 5 μ m), 色谱柱 3: Waters Atlantis dC₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μ m)]、不同的流动相[流动相 1: 乙腈-甲醇-水(6:25:69), 流动相 2: 乙腈-水(20:80)]进行检测,使其更准确无误。

REFERENCES

- [1] DING X Y, ZHOU J M, WEI F F, et al. Study on quality standards of Fuyanxiao capsules [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2006, 28(5): 671-673.
- [2] SHEN Y L, YANG M Z, LUAN J, et al. Study on detection method for rhaponticin in the drugs contained Rhubarb [J]. Chin Pharm Aff(中国药事), 2010, 24(5): 493-495.

- [3] State Food and Drug Administration standard(for trail implementation) [国家食品药品监督管理局(试行)], WS3-10265(ZD-265)-2002 [S]. 2002.
- [4] State Food and Drug Administration drug inspection supplementary methods and project approval documents (国家食品药品监督管理局药品检验补充检验方法和检验项目批准件), NO.2008015 [S]. 2008.
- [5] State Food and Drug Administration drug inspection supplementary methods and project approval documents(国家食品药品监督管理局药品检验补充检验方法和检验项目批准件), NO.2008013 [S]. 2008.
- [6] State Food and Drug Administration drug inspection supplementary methods and project approval documents (国家食品药品监督管理局药品检验补充检验方法和检验项目批准件), NO. 2010001 [S]. 2008.
- [7] JIANG Y H. Determination of gliclazide illegally added in Jiangtangning capsules [J]. Northwest Pharm J(西北药学杂志), 2007, 22(4): 55-56.
- [8] JIANG Y H. Determination of acid orange II illegally added in *Salvia miltiorrhiza* [J]. Northwest Pharm J(西北药学杂志), 2010, 25(4): 245-246.

收稿日期: 2010-12-07