

高效液相法测定排毒养颜胶囊中大黄素的含量

杨晓云 吴爱英 荆海燕(青岛 266071 青岛市药品检验所)

摘要 目的:建立排毒养颜胶囊中大黄素含量测定方法。方法:用高效液相法测定,选定 YWG-C₁₈ 分析柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相:甲醇-0.25%磷酸(80:20),检测波长:436 nm,流速:1.1 ml/min,柱温:室温。结果:本法简便、灵敏、准确、重现性好,线性范围 0.36~1.80 μg ($r=0.9999$),平均回收率 99.14%,RSD=0.81%。结论:建立的定量方法可用于排毒养颜胶囊的质量控制标准。

关键词 大黄素;高效液相色谱法;排毒养颜胶囊

The determination of emodin in Paiduyangyan capsule by HPLC

Yang Xiaoyun(Yang XY), Wu Aiyong(Wu AY), Jing Haiyan(Jing HY) (Shandong Qingdao Institute for Drug Control , Qingdao 266071)

ABSTRACT OBJECTIVE:To establish a method for quality control of Paiduyangyan capsule. **METHODS:**HPLC, column: YWG-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), mobile phase: methanol-0.25% phosphoric acid (80:20), wavelength: 436 nm, flow rate: 1.1 ml/min, column temperature: room temperature. **RESULTS:**This method is convenient, sensitive and accurate. The linear range was 0.36~1.80 μg ($r=0.9999$) and recovery rate was 99.14%, RSD=0.81%. **CONCLUSION:**The method can be used as standard quality control method.

KEY WORDS HPLC, emodin

排毒养颜胶囊是由西洋参、红参、大黄、荷叶等药味组成,其功能是通便排毒、健脾益肾、补血化淤、降脂养颜,用于脾气虚引起的便秘及痤疮、颜面色斑、肥胖症、高血脂、高血压、早衰、腹胀、腹痛、胃炎等的辅助治疗。为了更好地控制产品质量,保证用药的安全和有效,研究建立了高效液相法测定处方中大黄素的方法。

1 仪器与试剂

SP8800 高效液相色谱仪(美国光学物理公司),4290 积分仪,8450 检测仪,8800 泵;大黄素对照品(中国药品生物制品检定所);排毒养颜胶囊(云南盘龙云海药业有限公司);所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适应性 YWG-C₁₈ 分析柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相:甲醇-0.25%磷酸(80:20);检测波长:436 nm,流速 1.1 ml/min;柱温:室温;理论塔板数为 10000。

样品溶液的制备 取排毒养颜胶囊内容物约 0.5 g,精密称定,置索氏提取器中,加入乙醇适量,于水浴中加热回流提取至无色,提取液水浴上浓缩至约 5 ml,放冷,加入稀盐酸 5 ml,氯仿 30 ml,置水浴(80℃左右)中加热水解 30 min,放冷,分出氯仿液,水液用氯仿萃取二次(20,15 ml),合并三次氯仿液,挥干氯仿,残渣用甲醇洗涤并转入 10 ml 量瓶中,稀释至刻度。摇匀,取上层清液离心后即供试品溶液。

对照品溶液的制备 精密称取大黄素 9 mg,加甲醇定容于 10 ml 的量瓶中,制成每 1 ml 甲醇含 0.9 mg 大黄素的溶液

作为对照品溶液。

按处方比例及生产制备方法,制备不含大黄的阴性样品,按样品溶液制备方法制备阴性溶液,分别取供试液、阴性对照溶液及对照品溶液按上述色谱条件进行分离,进样 10 μl,结果见图 1,对照品峰与阴性溶液峰没有重叠。

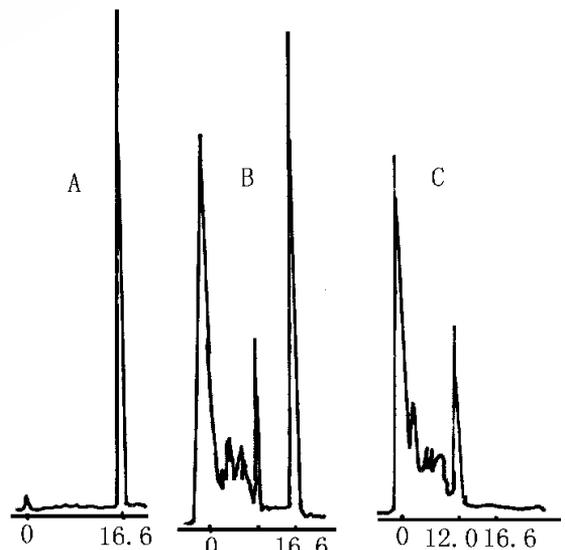


图 1

A- 对照; B- 样品; C- 阴性

2.2 线性关系考察 分别精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4 和 5 ml 置于 25 ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,按上述色

谱条件,分别进样 10 μ l,以对照品浓度(μ g/ μ l)为横坐标(X),主峰面积为纵坐标(Y)作图,回归方程为: $Y = 4457032 X + 980.7812$, $r = 0.9999$,线性范围 0.36 ~ 1.80 μ g。

2.3 精密度实验 取样品测定项下对照品溶液,重复进样 5 次,每次 10 μ l,测定峰面积。RSD=1.5%。

2.4 稳定性实验 取同一供试品,在 0,3,6 和 12h,分别进样 10 μ l 测定峰面积。RSD=0.32%。

2.5 重复性实验 取批号为 980620 的同一批样品,按样品测定法测定 6 次,计算大黄素的含量。RSD=2.12%。

2.6 加样回收率 取已知含量的本品(批号为 980620)内容物 5 份,精密称定,各加入对照品溶液(0.32mg/ml) 2 ml,按样品测定法测定,分别计算回收率,平均回收率为 99.14%,RSD=0.81%。结果见表 1。

表 1 大黄素加样回收率

样品中大黄素的量/ μ g	大黄素加入量/ μ g	测定结果/ μ g	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
6.23	6.40	12.66	100.4		
5.89	6.40	12.23	99.0		
6.53	6.40	12.82	98.2	99.14	0.81
7.00	6.40	13.35	99.2		
5.96	6.40	12.29	98.9		

2.7 样品测定 精密吸取对照品溶液与供试品溶液 10 μ l,分别注入液相色谱仪。测定峰面积,计算即得。每批样品各测定 3 次,结果见表 2。

3 讨论

3.1 本法测定大黄素简便,准确,快速,重现性很好。

3.2 目前,排毒养颜胶囊的质量控制仅仅限于定性,而该药

表 2 样品测定结果

批号	测定结果/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$			平均含量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
980620	6.45	6.44	6.46	6.45
980517	6.29	6.39	6.26	6.28
980621	6.22	6.24	6.23	6.23

的主要成分大黄素起主要功效,因此测定大黄素的含量就成为控制其内在质量的重要指标。

3.3 样品提取方法及条件考察 分别对样品氯仿提取次数进行考察,比较峰面积的大小,结果见表 3。可见选择二次是合理,经济和节约时间的。

表 3 提取方法对大黄素含量的影响

提取次数	峰面积积分值	提取次数	峰面积积分值
1	838230	2	868130
3	868230	4	868191
5	868222		

参考文献

- 刘伟,梁生旺.薄层扫描法测定淋结消中总大黄素的含量.中国药学杂志,1999,34(10): 689.
- 许书,魏尊喜,朱建永.HPLC法测定黄连上清中大黄素含量.首都医药,1999,6(6): 28.
- 唐刚,罗国安,王义明.高效液相法测定结脉冲剂中大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的含量.药物分析杂志,1999,19(5): 340.
- 杨光,林跃.苏灵感冒颗粒中的葛根素含量测定.中国现代应用药学,1999,16(2): 22.