

# 乙肝康复灵制剂中大黄素含量测定

钟镜金 曾元儿 徐晖 (广州中医药大学 广州 510407)

**摘要** 采用薄层扫描法测定乙肝康复灵胶囊剂、冲剂中大黄素的含量,方法简便,可靠,平均回收率分别为96.33%、96.13%;相对标准偏差RSD分别为1.28%、1.16%( $n=5$ )。

**关键词** 乙肝康复灵 大黄素 薄层色谱法

## Quantitative Determination of Emodin in Yigan Kangfuling Capsules and Granules

Zhong Jingjin, Zeng Yuaner, Xu Hui (Guangzhou University of TCM, Guangzhou, 510407)

**Abstract:** A TLC-scanner method was developed for quantitative determination of emodin in Yigan Kangfuling capsules and Granules. This method proved simple and accurate. The recovery rate was 96.33%, 96.13% ( $n=5$ ).

**Key words:** Yigan Kangfuling, emodin, TLC-scanner method

乙肝康复灵胶囊和冲剂均由虎杖、茵陈、白花蛇舌草、太子参等十二味中药组成,具有清热利湿,滋养肝肾等功能,用于治疗乙型肝炎。制剂中虎杖有祛风利湿,保肝利胆等作用,为君药。虎杖主要含有大黄素(Emodin)、大黄酚(Chrysophanol)、大黄素-6-甲醚-8-O-D-葡萄糖甙 A、B (anthraglycoside A、B)<sup>[1]</sup>,这些化合物能明显抑制乙肝抗原阳性<sup>[2]</sup>,为本方中的有效组分。本实验选择含量较高,且在薄层板上分离度较好的大黄素为含量测定成分。

### 1 仪器及试剂

CS-920型薄层扫描仪(日本岛津);10微升进样器;大黄素对照品(中国药品生物制品检定所);氯仿、乙酸乙酯、苯、甲酸等为分析纯;水为重蒸馏水。

### 2 方法与结果

**2.1 供试品液的制备** 分别取乙肝康复灵

胶囊剂0.5g和冲剂2g,精密称定,放置250ml圆底烧瓶中,加入30ml水和3.0ml HCl,摇匀,置沸水浴中回流30min,取出,冷置室温后加入100ml氯仿,继续回流1h,取出,放冷,转入分液漏斗中,静置分层后分离出氯仿层,水层再用氯仿提取3次,每次20ml,合并氯仿液,回收氯仿,残渣用氯仿-甲醇(1:1)分次溶解并定容至5.0ml,作供试品液。

**2.2 对照品液的制备** 精密称取2.30mg大黄素对照品,用氯仿-甲醇(1:1)溶解并定容至5.0ml,作对照品溶液。

**2.3 薄层层析及扫描条件** 分别定量吸取4 $\mu$ l供试液3份,对照品2 $\mu$ l、4 $\mu$ l各2份,分别点样于0.3%CMC-Na硅胶G薄层板上,以苯-甲酸乙酯-甲酸(3:1:0.1)为展开剂,展开8cm,取出,晾干,照薄层色谱法(《中国药典》一部95版附录VIB薄层扫描法)进行扫描,扫描条件为:线性参数 $sx=2$ ,光源w灯,测

定波长  $\lambda_s = 430\text{nm}$ , 狭缝  $1.2 \times 1.2\text{mm}$ ,  $x = 9\text{mm}$ ,  $y = 15\text{mm}$  单波长双光束反射法锯齿扫描。

**2.4 测定波长选择** 吸取供试液与对照品溶液各  $3\mu\text{l}$ , 分别点于同一薄层板上, 按上述条件展开, 在  $300 \sim 500\text{nm}$  范围内进行光谱扫描, 结果两者均在  $430\text{nm}$  处有最大吸收, 故选定  $\lambda_s = 430\text{nm}$ 。

**2.5 标准曲线的绘制** 定量吸取  $0.46\text{mg/ml}$  的大黄素对照品  $1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0\mu\text{l}$ , 分别点于同一薄层板上, 展开。取出, 晾干, 以斑点面积积分为纵座标, 点样量 ( $\mu\text{g}$ ) 为横座标, 得一直线, 线性回归方程为  $Y = 1564 + 2283x$ ,  $r = 0.9997$ , 线性范围为  $0.46 \sim 2.3\mu\text{g}$  之间。

**2.6 精密度试验** 在同一薄层板上, 分别点浓度为  $0.46\text{mg/ml}$  的大黄素对照液  $2\mu\text{l}$ , 共点 8 个斑点, 展开, 取出, 晾干, 测定面积积分值, 得均值  $5527$ ,  $RSD = 1.63\%$  ( $n = 3$ ); 又于另一薄层板上, 同法测得均值  $5432$ ,  $RSD = 1.51\%$  ( $n = 3$ )。

**2.7 重现性试验** 用同一批号的样品, 分别测定 5 次, 所得结果见表 1。

**2.8 回收率试验** 取已知含量的胶囊剂(批号 950820)  $0.25\text{g}$ , 取已知含量的冲剂(批号 950518)  $1.0\text{g}$ , 精密称定。分别精密加入  $2.0\text{ml}$  和  $1.5\text{ml}$  浓度为  $0.46\text{mg/ml}$  的大黄素对照品, 按样品处理方法处理并测定, 结果见表 2。

**2.9 药材分析** 取 3 批不同来源的虎杖药材, 粉碎成细粉,  $80\text{C}$  烘干恒重, 取  $90\text{mg}$  精密称定, 加入  $100\text{ml}$  甲醇回流提取  $1\text{h}$ , 过滤, 用甲醇分次洗涤容器和药渣, 合并甲醇液, 回收甲醇, 残渣用  $30\text{ml}$  水分次溶解并转移至  $250\text{ml}$  圆底烧瓶中, 按供试品液制备方法制备并测定, 结果见表 3。

**2.10 样品测定** 按测定的方法, 分别测定了 3 批乙肝康复灵胶囊剂和冲剂中大黄素含量, 结果见表 4。

表1 重现性试验

剂型	批号	取样量 (g)	大黄素含量 (mg/g)	平均值 ( $\bar{x} \pm s$ )	RSD (%)
胶囊剂	950820	0.5037	3.537	$3.648 \pm 0.081$	2.21
		0.5011	3.603		
		0.5043	3.742		
		0.4980	3.657		
		0.5024	3.701		
冲剂	950518	2.0000	0.709	$0.700 \pm 0.007$	1.07
		2.0000	0.707		
		2.0000	0.698		
		2.0000	0.695		
		2.0000	0.692		

表2 回收率试验

剂型	取样量 (g)	样品中大黄素 (mg)	加入大黄素 (mg)	测得大黄素 (mg)	回收率 (%)
胶囊剂	0.2514	0.917	0.920	1.789	97.36
	0.2505	0.914	0.920	1.780	97.05
冲剂	0.2479	0.904	0.920	1.773	97.21
	0.2522	0.920	0.920	1.752	95.12
	0.2485	0.907	0.920	1.733	94.87
冲剂	1.0000	0.700	0.690	1.372	97.36
	1.0000	0.700	0.690	1.370	97.05
	1.0000	0.700	0.690	1.346	97.27
	1.0000	0.700	0.690	1.356	95.12
	1.0000	0.700	0.690	1.354	94.87

平均回收率为  $96.33\%$ 、 $96.13\%$ ,  $RSD$  为  $1.28\%$ 、 $1.16\%$

表3 虎杖中大黄素含量测定结果

来源	取样量 (mg)	测得大黄素含量 (mg/g)	平均值 ( $\bar{x} \pm s$ )
1	90.8	20.87	$21.18 \pm 0.43$
	90.0	21.48	
2	91.5	20.46	$20.02 \pm 0.63$
	91.0	19.57	
3	81.0	19.30	$19.20 \pm 0.14$
	80.0	19.10	

表4 样品测定结果 ( $\bar{x} \pm s, \text{mg/g } n = 3$ )

剂型	批次	取样量 (g)	测得大黄素含量
胶囊剂	951018	0.5000	$3.824 \pm 0.086$
	951028	0.5000	$3.375 \pm 0.056$
	951021	0.5000	$4.105 \pm 0.062$
冲剂	950519	2.000	$0.568 \pm 0.011$
	950529	2.000	$0.697 \pm 0.007$
	950611	2.000	$0.656 \pm 0.002$

### 3 小结

本实验加入一定量盐酸将蒽醌甙水解。应用薄层层析扫描法测定制剂中总的大黄素含量, 方法的回收率和重现性均较好, 可为厂家生

产本品时进行质量控制,同时可为制定含大黄的素的中成药产品的质量标准提供参考。

#### 参考文献

1 中国人民解放军广字173部队防治慢性支气管炎

中草药研究组. 阴阳莲(虎杖)治疗慢性气管炎有效成分研究. 中草药通讯, 1974, (2): 6

2 荆庆, 宋济洲, 刘进文. 中药对乙型肝炎抗原抑制作用的实验观察. 新医药学杂志, 1975, 9: 38

(收稿: 1997-02-12)