

# 脂复康胶囊定性定量方法的研究

李曼玲\*, 冯伟红

(中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 建立脂复康胶囊的定性定量方法。方法: 采用 TLC 法对脂复康胶囊进行鉴别; 采用 HPLC 法测定大黄酸的含量。结果: TLC 可鉴别出与大黄、枸杞子、肉苁蓉药材相应的斑点; HPLC 法可测定出大黄酸的含量。结论: 建立的定性定量方法简便可行、重复性好, 可作为脂复康胶囊的质量监控。

[关键词] 脂复康胶囊; 薄层色谱; 高效液相色谱

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)09-0008-03

## Study on Quality Standard of Zhifukang Capsule

LI Man-ling\*, FENG Wei-hong

(Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a quality standard of Zhifukang Capsule. **Methods:** Zhifukang Capsule was identified by TLC; the rhin in Zhifukang Capsule was determined by HPLC. **Results:** The relevant spots in *Rheum palmatum* L., *Lycium barbarum* L. and *Cistanche deserticola* T. C. Ma were identified by TLC; The content of rhin could be determined by HPLC. **Conclusion:** The quality standard is simple, feasible and repeatable, it can be used as quality supervisory control in Zhifukang Capsule.

[Key words] Zhifukang Capsule; TLC; HPLC

脂复康胶囊系由制大黄、枸杞子、肉苁蓉等中药组成的胶囊剂, 具有活血祛瘀、滋补肝肾的作用, 适用于高脂血症属肝肾阴虚证候者。本文报道了处方中大黄、枸杞子、肉苁蓉的薄层鉴别试验, 并采用高效液相色谱法对大黄中大黄酸进行了含量测定。

### 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(岛津 LC-4A), G-R2AX 数据处理机, SPD-2A 紫外可见检测器; 大黄酸对照品(757-9301), (纯度 98% 以上), 大黄对照药材, 购于中国药品生物制品检定所。甲醇为 GR, 其它试剂均为 AR, 水为自制高纯水。TLC 所用试剂均为分析纯; 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工分厂)。脂复康胶囊(自制)。

### 2 定性鉴别

**2.1 大黄的鉴别**<sup>[1]</sup> 取脂复康胶囊内容物 0.05 g

置具塞锥形瓶中, 加甲醇 10 mL, 超声处理 45 min, 滤过, 滤液置水浴上浓缩至 2 mL, 作为供试品溶液; 同法制备缺大黄样品溶液; 另取大黄对照药材 0.05 g, 与供试品溶液制法相同, 制得大黄对照药材溶液; 取大黄酸对照品适量, 加甲醇至成每 mL 含 0.01 mg 的大黄酸对照品溶液。吸取上述 4 种溶液, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30~60)℃-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂, 展开取出, 晾干, 紫外灯(365 nm)下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材和对照品色谱相应位置上, 日光下检视, 斑点变为红色。

**2.2 枸杞子的鉴别** 取脂复康胶囊内容物 0.10 g 置具塞锥形瓶中, 加水 10 mL, 超声处理 45 min, 滤过, 滤液置分液漏斗中, 用 4 mL 乙酸乙酯萃取 3 次, 合并萃取液, 于水浴上浓缩至 1 mL, 作为供试品溶液; 同法制备缺枸杞子样品溶液; 另取枸杞子对照药材 0.1 g, 与供试品溶液制法相同, 得枸杞子对照药

[收稿日期] 2006-09-21

[通讯作者] \* 李曼玲, Tel: (010) 64014411-2939

材溶液。吸取上述3种溶液,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-浓氨水(4:1:0.1)为展开剂,展开取出,晾干,紫外灯(365 nm)下检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上,显相同的蓝色荧光斑点。

**2.3 肉苁蓉的鉴别** 取2.1项下的供试品溶液,作为供试品溶液;同法制备缺肉苁蓉样品溶液;另取肉苁蓉对照药材0.1 g,与供试品溶液制法相同,制得枸杞子对照药材溶液。吸取上述3种溶液,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-浓氨水(4:1:0.1)为展开剂,展开取出,晾干喷以Godin试剂(1%香草醛乙醇溶液和3%高氯酸水溶液,临用时等量混合),在90℃烘烤约5 min,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上,显相同的玫瑰红色斑点。

### 3 含量测定

**3.1 色谱条件<sup>[2]</sup>** 色谱柱:十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱(4.6 mm × 250 mm; 5 μm);流动相:甲醇-水-高氯酸(85:15:0.1)为流动相,流速:0.7 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长为254 nm。理论塔板数按大黄酸峰计算,应不低于4 000。

**3.2 标准曲线的制备** 精密称取在110℃干燥至恒重的大黄酸对照品约0.1 mg,置10 mL量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液(0.01 mg·mL<sup>-1</sup>)。精密吸取对照品溶液2, 4, 6, 8, 10 μL按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积分值为纵坐标,大黄酸含量为横坐标绘制标准曲线,得回归方程:  $Y = 3.145 \times 10^3 + 1.2768 \times 10^6 X$ ,  $r = 0.9993$ ,表明大黄素在(0.02~0.10) μg范围内成线性关系。

**3.3 空白试验** 按处方组成剂量,取除大黄外的其余药味,按工艺要求制成不含大黄的空白制剂,再依供试品溶液制备项下方法操作,制备并测定。结果空白溶液在与大黄酸对照品相同保留时间处未见明显色谱峰,故认为无干扰。

**3.4 精密度试验** 精密吸取上述对照品溶液,重复进样5次,大黄酸峰面积积分值的相对标准偏差, RSD为0.75%,表明仪器的精密度良好。

**3.5 重复性试验** 按照含量测定项下进行,对同一样品进行5次测定,计算相对标准偏差, RSD为2.23%。

**3.6 稳定性试验** 取供试品溶液,分别于配制液0, 1, 2, 4, 8, 16, 24 h依法测定,结果在24 h内 RSD=

0.69%。

**3.7 加样回收率试验** 采用加样回收法,取已知含量的脂复康胶囊,分别添加大黄酸对照品(1 mg·mL<sup>-1</sup>),每份精密加入0.4 mL,置具塞锥形瓶中,待挥干后,再各加入脂复康胶囊内容物约0.05 g,精密称定,按照供试品溶液的制备方法和上述色谱条件测定,结果平均回收率为98.55%, RSD为1.86%,结果见表1。

表1 回收率试验

取样量 (mg)	样品中含 量(mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	检出量 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
0.050 0	0.355	0.400	0.762	0.362	101.75		
0.048 5	0.343	0.400	0.736	0.336	98.25		
0.047 9	0.339	0.400	0.728	0.328	97.25	98.55	1.86
0.048 0	0.341	0.400	0.731	0.331	97.50		
0.048 3	0.343	0.400	0.735	0.335	98.00		

### 3.8 供试品、对照品溶液制备及测定

**3.8.1 对照品溶液的制备** 精密称取在110℃干燥至恒重的大黄酸对照品约0.1 mg,置10 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得(每1 mL中含大黄酸10 μg)。

**3.8.2 供试品溶液的制备** 取本品内容物约0.1 g,精密称定,置50 mL具塞锥形瓶中,精密加入甲醇20 mL,密塞,超声处理45 min,滤过,弃去初滤液,精密吸取续滤液2.5 mL,置15 mL刻度试管中,于70℃水浴中蒸干甲醇,加入水2 mL,盐酸0.3 mL,置沸水浴中水解30 min,移出。放冷后,再精密加入乙醚10 mL,立即密塞振摇3 min。俟分层后,分取乙醚层置10 mL量瓶中,加乙醚稀释至刻度,摇匀。精密量取5 mL置另一试管中,在气流下挥干,残留物精密加入甲醇2 mL使之溶解,摇匀,即得。

**3.8.3 测定法** 分别精密吸取对照品溶液10 μL与供试品溶液4 μL,注入液相色谱仪,测定,即得。3批样品大黄酸含量为2.99, 2.94, 2.50 mg/粒。

### 4 讨论

本实验选用甲醇-水-高氯酸(85:15:0.1)为流动相,在上述条件下大黄酸与其他组分均能达到基线分离。实验中还曾以甲醇-水-高氯酸(80:20:0.1)、(90:10:0.1)等流动相进行试验,但制剂中大黄酸与其他4种主要成分分离效果均不佳。波长选择参考了有关研究文献,并作了大黄酸的紫外全波长扫描。根据实验条件,我们选用了UV-254 nm进行检测。

根据大黄中蒽醌类化合物的溶解性, 选用甲醇为提取溶媒, 对文献报道的冷浸、冷浸乙醚提取及超声处理 3 种方法进行了比较试验, 结果表明三种提取方法测定结果基本相同, 故选用超声波提取方法。确定超声波处理提取方法后, 分别对超声波处理 30, 45, 60 min 的提取结果进行了比较, 结果表明, 超声处理 30 min 含量偏低, 而 45 min 和 60 min 大黄酸含量接近, 故选用超声波处理 45 min。提取方法及时间确定后, 对提取总蒽醌苷元水解时加酸量 0.2, 0.3 和 0.4 mL 进行了比较, 结果表明加酸量在 0.3

mL 时测得大黄酸含量最高, 故选用加酸量 0.3 mL。对不同提取时间 20, 30 和 40 min 进行比较, 结果表明水解 20 min 测得大黄酸含量偏低, 水解 30 min 和 40 min 测得大黄酸含量相近, 故选用水解 30 min。

#### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 17.
- [2] 罗文毓, 江萍. 大黄中五种蒽醌衍生物的 HPLC 测定[J]. 药物分析杂志, 1989, 9(5): 259.