

高效液相色谱法测定养血安神糖浆中大黄素的含量

林志强*

(漳州片仔癀药业股份有限公司, 福建 漳州 363000)

[摘要] 目的: 建立养血安神糖浆中大黄素的含量测定方法。方法: 采用 Hypersil ODS₂ (4.6mm × 250mm, 5μm) 色谱柱, 以甲醇-0.1% 磷酸溶液 (85: 15) 为流动相, 检测波长为 254nm。结果: 大黄素在 0.010 16~ 0.304 8μg 范围内具有良好的线性关系 ($r=0.999\ 9$, $n=6$), 平均回收率为 99.36%, RSD 为 4.55% ($n=6$)。结论: 该方法操作简单, 数据准确, 重现性好, 能有效地控制养血安神糖浆的质量。

[关键词] 养血安神糖浆; 大黄素; 高效液相色谱法; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)06-0026-02

养血安神糖浆收载于部颁标准第 10 册 (WS₃-B-1993-95), 由首乌藤、鸡血藤、熟地黄、地黄、合欢皮、墨旱莲和仙鹤草等 7 味中药组成, 具有滋阴养血、宁心安神之功效, 适用于精神倦怠、失眠健忘、卧寝多梦、肾虚腰酸、头晕乏力等^[1]。为了更好地控制产品的内在质量, 保证临床用药的安全有效, 本文采用高效液相色谱法测定制剂中大黄素的含量, 并进行方法学考察, 得到满意的结果。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 岛津 LC-2010 高效液相色谱系统, 包括: 真空脱气机, 四元梯度泵, 自动进样器, 二级管阵列检测器, Class-VP. 601 色谱工作站 (日本岛津公司); Simplicity 超纯水器 (Milipore)。

1.2 试剂 甲醇为色谱纯; 水为超纯水; 其它试剂均为分析纯。大黄素对照品 (中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0756-200110)。养血安神糖浆 (漳州片仔癀药业股份有限公司提供, 批号: 20041101、20041102、20041103)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适应性 色谱柱: Hypersil

[收稿日期] 2006-04-25

[通讯作者] * 林志强, Tel: (0596) 2304261; E-mail: zlzq77@

163.com

ODS₂(4.6mm × 250mm, 5μm) (大连依利特科学仪器有限公司装填); 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸溶液(85:15)为流动相; 检测波长为 254nm。进样量 10μL; 用外标峰面积法计算。理论板数按大黄素计算应不低于 2000。

2.1.1 对照品溶液的制备 取大黄素对照品适量, 精密称定, 用甲醇溶解并制成每 1mL 含大黄素 10μg 的对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取本品 20mL, 加盐酸 2mL, 氯仿 15mL, 水浴中加热回流 2h, 立即冷却, 分取氯仿层, 水层再用氯仿提取 4 次, 每次 15mL, 合并氯仿液, 置水浴上挥干, 残渣加无水乙醇-乙酸乙酯(2:1)溶解, 并定容至 5mL, 摇匀。

2.1.3 空白干扰性试验 分别精密吸取大黄素对照品溶液, 养血安神糖浆供试品溶液及阴性样品溶液各 10μL, 在上述色谱条件下依次进样, 进行测定, 可见阴性样品在与大黄素对照品峰保留时间相对应处无色谱峰, 表明样品中除首乌藤外的其他味药材所含成分对测定没有干扰。

2.2 线性范围考察 精密称取大黄素对照品 0.013 10g, 置 50mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀至刻度, 摇匀, 精密量取 1mL, 置 25mL 量瓶中, 加甲醇稀至刻度, 摇匀, 制成含大黄素 0.010 16mg/mL 的对照品溶液。分别精密吸取 1.3.5.10.20.30μL, 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定, 以大黄素进样量(μg)为横坐标, 峰面积的积分值(mAU)为纵坐标, 绘制标准曲线: $Y = 15\ 729X - 3.925\ 4$, $r = 0.999\ 9$ 。表明大黄素在 0.010 2~ 0.304 8μg 范围内具有良好的线性关系。

2.3 精密度试验 取大黄素对照品溶液(0.01212mg/mL), 连续重复进样 5 次, 每次 10μL, 测得大黄素峰面积, 计算 RSD 为 0.18%, 表明精密度良好。

2.4 重复性试验 取同一批号(20041101)样品, 平行 5 份, 按上述方法操作, 测定含量, 并计算 RSD 为 4.3%, 表明重复性较好。

2.5 回收率试验 精密取批号 20041101 样品 10mL

(共 6 份), 按下表加入一定量的大黄素对照品, 按方法进行测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 大黄素回收率试验

样品	批号	样品中 已知量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
1	20041101	6.11	10.16	16.76	104.8		
2	20041101	6.11	10.16	16.00	97.4		
3	20041101	6.11	10.16	15.81	95.4	99.4	4.5
4	20041101	6.11	10.16	16.80	105.2		
5	20041101	6.11	10.16	15.78	95.2		
6	20041101	6.11	10.16	16.08	98.1		

2.6 样品测定 分别精密吸取对照品溶液 10μL 和供试品溶液 20μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。对 3 批样品, 按上述方法测定, 结果见表 2。

表 2 养血安神糖浆中大黄素含量

批号	大黄素含量(μg/18mL)
20041101	11.0
20041102	10.3
20041103	10.2

3 讨论

大黄素是中药材首乌藤的有效成份^[2], 而首乌藤在养血安神糖浆处方中是重要的宁心安神药物, 其味甘能补, 有滋阴养血、宁心安神之功效, 是反映制剂的功能主治的重要组成成分, 因此选择首乌藤的有效成份大黄素作为制剂的一个重要质量控制指标。

试验结果表明, 本方法简单易行, 数据准确可靠, 能有效地控制本制剂的质量。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂, 第十册, 1999. 124.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1988. 1443.