

疏风清热胶囊中大黄素含量测定方法的改进

郝旭亮, 刘霞, 倪艳, 李先荣
(山西省中医药研究院, 山西太原 030012)

摘要:目的: 对疏风清热胶囊中大黄素的含量测定方法进行了改进, 提高了检测灵敏度。方法: 建立 HPLC 法, 采用 ODS-C₁₈ 柱, 以甲醇-0.1% 磷酸(85:15) 为流动相, 检测波长为 254nm, 流速为 1.0mL/min。结果: 大黄素在 0.0182~0.0910 μ g 范围内线性关系良好($r=1.00000$), 平均回收率为 98.59%, 其 RSD 为 0.94%。结论: 建立的 HPLC 方法简便、灵敏、重复性好, 适用于疏风清热胶囊中大黄素的定量分析, 能更好地控制本制剂的质量。

关键词: 疏风清热胶囊; HPLC; 大黄素

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)06-0020-02

疏风清热胶囊系由大黄、蝉蜕、玄参等六味中药研制而成。具有疏风清热之功效, 临床用于外感风热所致喉痛证的治疗。为了更好地控制产品质量, 我们对其含量测定方法进行了改进, 将原双波长薄层扫描法改进为高效液相色谱法, 对大黄的有效成分大黄素进行了含量测定, 提高了检测的灵敏度。

1 仪器与试剂

美国 HP1100 高效液相色谱仪, 包括 HP G1322A 真空脱气泵、HP G1311A 四元泵、HP G1313A ALS 自动进样器、HP G1315 DAD 二极管阵列检测器、HP Chemstation system 化学工作站; SB 3200 超声波处理器, 上海必能信仪器厂; 电子天平, 德国赛多利斯 BP211D。

甲醇为色谱纯(天津四友); 水为双蒸水; 其它化学试剂均为分析纯。大黄素对照品(供含测用, 批号: 0756-200009) 由中国药品生物制品检定所提供。疏风清热胶囊由大同光明制药厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: 十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 4.6 \times 250mm; 柱温: 室温; 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸(85:15); 流速: 1mL/min; 检测波长为 254nm。

2.2 对照品溶液的制备^[1] 精密称取大黄素对照品 5mg, 置 50mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 再精密量取大黄素溶液 1mL, 置 25mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 制成每 1mL 含 4 μ g 的溶液,

即得。

2.3 供试品溶液的制备^[1,2] 取本品装量差异项下的内容物 1g, 精密称定, 置 100mL 锥形瓶中, 精密加甲醇 50mL, 称定重量, 超声提取 30min, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 25mL, 置 50mL 圆底烧瓶中, 挥去甲醇, 加 2.5mol/L 的硫酸溶液 50mL, 水浴上加热水解 2h, 冷却, 移置分液漏斗中, 用少量氯仿洗涤容器, 并入分液漏斗中, 分取氯仿层, 酸液用氯仿强力振摇提取 3 次, 每次 15mL, 合并氯仿液, 水浴蒸干, 残渣用甲醇溶解, 移至 10mL 量瓶, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系考察 精密吸取浓度为 3.64 μ g/mL 的大黄素对照品溶液 5、10、15、20、25 μ L 依法测定, 以大黄素的量(μ g) 为横坐标, 峰面积值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 4861.15403X - 0.0131178$, 相关系数 $r = 1.0000$, 表明大黄素在 0.0182~0.0910 μ g 范围内进样量与峰面积值有良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取上述浓度为 3.64 μ g/mL 的对照品溶液 10 μ L, 重复进样 5 次, 结果峰面积值的 RSD 为 0.36%。表明本方法精密度良好。

2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液, 在 0.3、0.6、0.9、1.2h 分别进样 10 μ L, 记录峰面积积分值, 结果大黄素峰基本不变, RSD 为 0.95%, 表明本方法稳定性良好。

2.7 重复性试验 取同一批号(20021201) 的样品 5 份, 约 1g, 精密称定, 分别按供试品溶液制备方法进行提取, 含量测定。结果为 RSD 为 1.48%。表明本方法重现性良好。

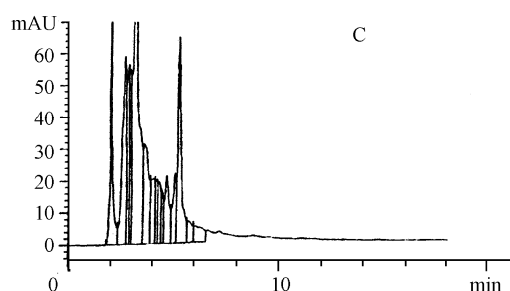
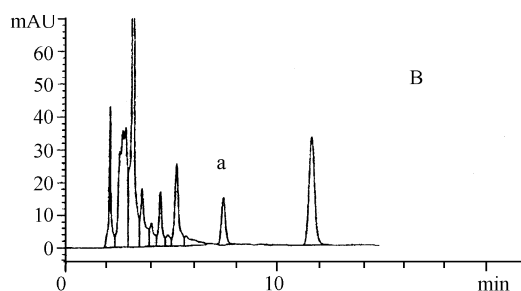
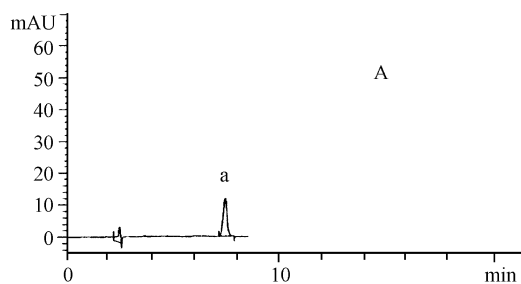
收稿日期: 2004-08-27

通讯作者: 郝旭亮, Tel: (0351) 4668028; E-mail: hxliang01@163.com

com

表 1 大黄素回收率测定结果($\bar{x} \pm s, n$)

编号	样品中含量 (mg)	添加量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
1	0.0511	0.0426	0.0925	97.18		
2	0.0514	0.0426	0.0933	98.36		
3	0.0521	0.0426	0.0945	99.53	98.59	0.94
4	0.0550	0.0426	0.0973	99.30		
5	0.0510	0.0426	0.0930	98.59		



a 大黄素

A 大黄素对照品 B 供试品 C 阴性对照样品

附图 HPLC 图

2.8 回收率试验 分别取已知含量的样品 5 份各 0.5g, 精密称定, 分别精密添加一定量的对照品, 按供试品溶液制备方法进行提取, 含量测定。结果见表 1。

2.9 阴性对照溶液的制备及空白实验 按处方量除去大黄药材, 制备阴性样品。取大黄阴性样品 1g, 精密称定, 照含测项下方法制备阴性样品溶液。精密吸取阴性对照溶液、供试品溶液和对照品溶液各 10 μ L, 按上述色谱条件测定, 结果在大黄素相应的保留时间阴性无干扰。见附图。

2.10 样品测定 取 10 批样品, 依法制成供试品溶液, 分别精密吸取对照品溶液和与供试品溶液各 10 μ L 按上述色谱条件测定, 以外标一点法计算样品中大黄素的含量, 结果见表 2。

表 2 样品含量测定表($n=3$)

批号	含量(μ g/粒)	批号	含量(μ g/粒)
20021201	36.6	20021202	38.0
20021203	32.2	20021204	35.4
20021205	36.1	20030401	25.4
20030402	23.5	20030501	30.6
20030502	27.8	20030503	28.9

3 讨论

在供试品溶液的制备过程中, 考虑到酸水解为大黄素能否提取完全的关键一步, 我们对水解时间进行了考察, 结果表明 2h 基本水解完全。在原标准中, 含量测定方法为薄层扫描法, 改进为本方法后, 提高了检测的灵敏度, 可更好地控制本品的质量。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2000. 18.
- [2] 赵莉, 晁若冰. HPLC 测定大黄通便胶囊中大黄素和大黄酚[J]. 华西药理学杂志, 2003, 18(4): 283-285.