

病毒消颗粒剂中大黄素的 HPLC 测定

袁珂¹, 胡润淮¹, 张晓明², 孙伟²

(1. 河南中医学院中药系, 河南 郑州 450008; 2. 河南西峡宛西制药厂, 河南 西峡 474500)

摘要: 目的: 建立病毒消颗粒剂中大黄素的含量测定方法。方法: 采用 HPLC 法进行测定。结果: 大黄素浓度在 0.10 μ ~0.50 μ g 之间线性关系良好, 相关系数 $r=0.9999$, 回收率为 98.26%, $RSD=1.87\%$ 。结论: 该法简便、重现性好, 可作为该制剂的质量控制标准。

关键词: 病毒消颗粒剂; 大黄素; HPLC 法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)01-0013-02

病毒消颗粒剂由虎杖、枳实、苦参、金银花和女贞子等 10 味中药组成。具有清热解毒、保肝护肝、降低转氨酶、理气活血等方面的功能。据初步临床

观察, 对病毒性肝炎有较好的疗效。前报^[1-2] 已报道了病毒消颗粒剂的质量标准及制备工艺研究。但对该制剂中君药虎杖中大黄素的测定, 是采用薄层扫描法。本文建立并采用高效液相色谱法对虎杖药材及病毒消颗粒剂中大黄素的含量进行了测定。本方法简便灵敏、重现性好, 可作为该制剂的质量控制标准。

收稿日期: 2002-09-01

基金项目: 河南省科技攻关资助项目(981180821)

1 仪器 样品及试剂

仪器:HP1100 型高效液相色谱仪(美国惠普), VWD 型紫外-可见检测器, HP3395 型数据处理机。样品及试剂:大黄素对照品由中国药品生物制品检定所提供, 甲醇为色谱纯, 蒸馏水为双蒸馏水。虎杖药材于 2000 年 4 月购自河南中医学院医院中药房, 病毒消颗粒剂(本室自制)

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 ODS-C₁₈ 柱(美国惠普公司), 流动相: 甲醇-水(80: 20); 流速: 0.6ml/min; 检测波长: 276nm; 柱温: 室温; 记录纸速: 0.5cm/min; 灵敏度: 0.0005AUFS。外标法定量分析程序由 HP3395 积分仪提供。

2.2 对照品溶液的配制 精密称取大黄素对照品 2.50mg, 用甲醇溶解定容至 50ml 量瓶中, 大黄素浓度为 0.05mg/ml。

2.3 样品溶液的制备 精密称取干燥研细且过 60 目筛的虎杖药材 10.036g 及病毒消颗粒剂 10.173g, 置索氏提取器中, 分别加甲醇 250ml, 提取至无色(前者约 6h, 后者约 2h), 将甲醇提取液转移至 250ml 量瓶中, 用甲醇稀释并定容。测定前精密吸取 5ml, 用甲醇稀释并定容至 50ml 容量瓶中, 即得。

2.4 标准曲线的绘制 吸取上述对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0μl 分别进样分析, 以对照品的进样量为横坐标, 以峰面积积分值为纵坐标绘图, 得一通过原点的直线, 求算回归方程。结果表明大黄素在 0.10~ 0.50μg 之间, 线性关系良好, 其回归方程为: $Y = 26447353X - 165986.7, r = 0.9999$ 。

2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 5μl, 重复进样 5 次, 分别测定峰面积值。计算出大黄素的平均值为 8161347.2, $RSD = 2.13\%$ 。

2.6 加样回收率试验 分别精密称取一定量研细的病毒消颗粒剂, 分别精密加入一定量的大黄素对照品, 按样品溶液的制备方法进行提取, 用甲醇定容至一定体积, 按上述色谱条件测定, 计算回收率。结果大黄素的回收率 98.26%, $RSD = 1.87\%$ 。

2.7 样品含量测定 分别精密吸取对照品溶液与样品溶液各 6μl, 注入液相色谱仪, 按上述测定条件

测定, 用外标法计算出样品中大黄素的含量, 结果见图 1、图 2 及表 1。

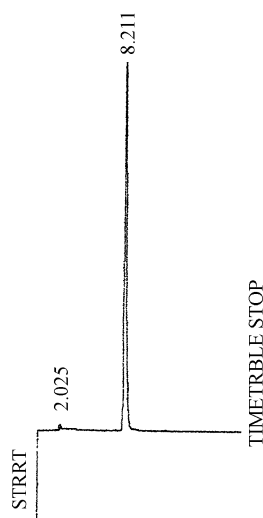


图 1 对照品的 HPLC 图谱

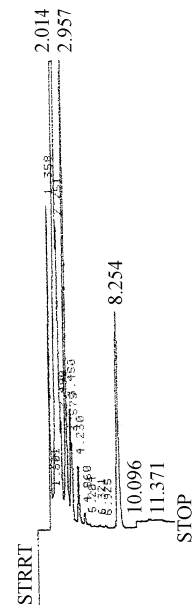


图 2 样品的 HPLC 图谱

表 1 样品中大黄素的含量

样品	大黄素的含量(%)			大黄素的平均含量(%)	RSD(%)
	0.576	0.583	0.594		
虎杖药材	0.576	0.583	0.594	0.584	1.55
病毒消颗粒剂	0.048	0.047	0.049	0.048	2.08

3 讨论

取大黄素对照品溶液, 于岛津 UV-260 紫外可见分光光度仪, 在波长 200~ 400nm 范围内扫描, 测得其最大吸收波长为 276nm, 故选择该波长为测定波长。

从精密度试验与加样回收率试验表明, 本法准确, 简便易行, 适用范围广, 与薄层扫描法相比, 结果更为准确可靠, 可用于该制剂的质量控制。

参考文献:

[1] 袁珂, 李鸿雁. 病毒消颗粒剂质量标准的研究[J]. 中国药理学杂志, 2000, 35(5): 345.

[2] 袁珂, 封银曼, 杨传英, 等. 病毒消提取条件优选及其颗粒剂的制备[J]. 中国现代应用药学, 2001, 18(3): 203.