

表 2 样品中甘露醇含量测定结果 ($n=3$)

批号	甘露醇含量 (%) , g/g	RSD (%)
980302	1.27	0.87
990823	1.31	1.02
991107	1.24	1.21

用本法测定复方虫草颗粒中的甘露醇时,其它成分不干扰测定。但若枸杞和莱菔子的用量超过处方用量时,测定结果会偏高。配制高碘酸钾溶液时,要注意盐酸的用量,最适用量为每 0.015 mol 高碘酸钾用 0.12 mol/L 的盐酸 1000 mL 溶解,可使呈色物颜色均匀而稳定。

由于本法测定的结果可排除样品中其他还原性物质的干扰,其测得的结果较容量法更能代表甘露醇的实际值,本法比容量法可靠,而且比容量法快速简便。

本法可以作为复方虫草颗粒质量标准中甘露醇含量的测定方法,也可以作为含有虫草的其他制剂中甘露醇含量测定的方法。

参考文献:

- [1] 李雪芹,包天桐,王雁,等. 比色法测定冬虫夏草中甘露醇的含量[J]. 中草药, 1999, 30(1): 19-21.
- [2] 中国药典[S]. 2000年版. 二部.

HPLC法同时测定黄连上清丸中大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的含量

姚仲青

(南京中医院中医药研究所,江苏 南京 210001)

摘要: 目的 同时测定了黄连上清丸中 3种蒽醌类成分大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的含量。方法 采用 HPLC 法,以乙腈-0.1% 磷酸水溶液(90:10)为流动相,使用 C_{18} 柱。结果 能使样品中的 3种蒽醌类成分得到良好分离,分离度 > 2,平均回收率为: 大黄素 98.71%, $RSD=1.11\%$; 大黄酚 98.83%, $RSD=1.41\%$; 大黄素甲醚 99.25%, $RSD=1.29\%$ 。结论 应用本法能准确测定黄连上清丸中的此 3种有效成分,重现性好。

关键词: HPLC法; 黄连上清丸; 大黄素; 大黄酚; 大黄素甲醚

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)08-0699-02

Determination of emodin, chrysophanol, and physcion in HUANGLIAN SHANGQING PILL* by HPLC

YAO Zhong-qing

(Institute of TCM, Nanjing Hospital of TCM, Nanjing Jiangsu 210001, China)

Key words HPLC; HUANGLIAN SHANGQING PILL; emodin; chrysophanol; physcion

* HUANGLIAN SHANGQING PILL is a traditional Chinese compound medicine.

黄连上清丸为传统的中药制剂,收载于《中国药典》1995年版、2000年版。有文献报道对其中的小檗碱^[1]、蒽醌类^[2]、黄芩苷^[3]、栀子苷^[4]作了定性或定量分析,但对其质量标准的研究仍不完善。大黄为方中主药之一,占全方的 24.4%,蒽醌类成分为其主要活性成分。对蒽醌类成分的定量分析未见报道。本文报道采用 HPLC 法同时测定黄连上清丸中 3种蒽醌类成分大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的含量,为完善黄连上清丸的质量标准提供了依据。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-6A 高效液相色谱仪, SPV-6AV 紫外-可见检测器; C-R3A 数据处理器; SCL-6A 系

统控制器, RHEODYNE 7125 进样阀, CTO-6A 柱温箱, Spherisorb C_{18} 柱(4.6 mm×300 mm 5 μ m, 大连依利特公司)。

大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品,购自中国药品生物制品检定所;黄连上清丸,市售,产地:河南;乙腈为色谱纯,其余试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸水溶液(90:10),流速 0.6 mL/min,检测波长 254 nm,纸速 1 mm/min,灵敏度 0.04 AUFS,柱温: 45℃。

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品,以氯仿溶液,分别制成 0.2, 0.18,

0.12 mg /mL 的溶液 ,分别精密吸取 1 mL,置同一 10 mL 量瓶内 ,加氯仿稀释至刻度 ,作为对照品液 精密吸取对照品液 4, 6, 8, 10, 12 μ L,分别注入液相 色谱仪 ,记录峰面积 ,以峰面积为横坐标 ,进样量 (μ g)为纵坐标 ,绘制标准曲线 ,回归方程分别为:

大黄素: $Y_1 = (3.13 + 0.16X) \times 10^{-4} \quad r_1 = 0.9999$

大黄酚: $Y_2 = (2.70 + 0.10X) \times 10^{-4} \quad r_2 = 0.9998$

大黄素甲醚: $Y_3 = (2.03 + 0.08X) \times 10^{-4} \quad r_3 = 0.9999$

线性范围为: 大黄素 0.08~ 0.24 μ g; 大黄酚 0.048~ 0.144 μ g; 大黄素甲醚 0.072~ 0.216 μ g

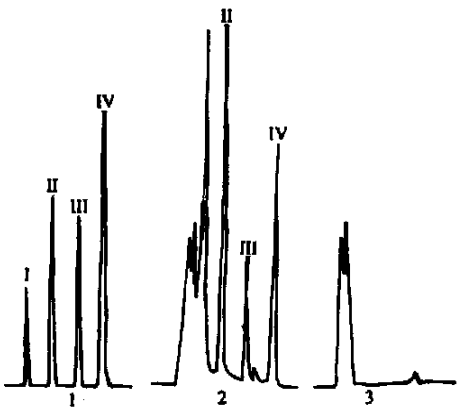
2.3 样品的测定: 样品研成细粉,取 1 g,精密称定,置索氏提取器内,加氯仿浸泡过夜,提取 8 h,提取液以 0.5% 氢氧化钠水溶液 100 mL 分次洗涤,至洗涤液无色,并合并至 100 mL 量瓶内,定容,作为供试品液。精密吸取对照品液 4, 12 μ L,供试品液 10 μ L,分别注入液相色谱仪,以外标两点法计算含量,结果见表 1

表 1 黄连上清丸 3种蒽醌成分含量 (n= 3) (%)			
批号	大黄素	大黄酚	大黄素甲醚
970703	0.137 8	0.025 1	0.059 2
990404	0.107 7	0.026 9	0.031 2
991201	0.117 6	0.021 9	0.049 6
000303	0.109 1	0.0209	0.037 3

2.4 样品的阴性对照试验: 按《中国药典》95年版处方,准确称取除大黄外的其余 16味,粉碎成细粉,取 1 g,精密称定,按 2.3项下操作,测定,结果见图 1 在阴性对照品中,未检出与已知 3种对照品及样品保留时间相同的色谱峰,证明本法可行。

2.5 精密度试验: 精密吸取对照品液 10 μ L,重复进样 5 次,测定各成分的峰面积,计算,结果为 大黄素 $RSD= 0.87\%$; 大黄酚 $RSD= 1.02\%$; 大黄素甲醚 $RSD= 0.96\%$ 。

2.6 样品的重复性试验: 取批号为 970703 的样品 细粉 5 份,每份 1 g,精密称定,按 2.3项下操作,测



1-对照品 2-样品 3-阴性对照
I 溶剂 II 大黄素 III-大黄酚 IV-大黄素甲醚

图 1 黄连上清丸 HPLC 图

定,结果为: 大黄素 0.135%, $RSD= 1.29\%$; 大黄酚 0.0254%, $RSD= 1.72\%$; 大黄素甲醚 0.0591%, $RSD= 1.15\%$ 。

2.7 回收率试验: 取批号为 990404 的样品细粉 0.5 g,精密称定,分别精密加入 大黄素对照品液 (0.2 mg /mL) 3 mL 大黄酚对照品液 (0.18 mg /mL) 大黄素甲醚对照品液 (0.12 mg /m L) 各 1 mL,按 2.3项下操作,测定,结果回收率分别为 大黄素: 97.81%, $RSD= 1.23\%$; 大黄酚: 98.83%, $RSD= 1.79\%$; 大黄素甲醚: 99.25%, $RSD= 1.17\%$

3 讨论

大黄为方中主药之一,大黄素、大黄酚、大黄素甲醚等 大黄蒽醌为其主要活性成分,2000年版《中国药典》 大黄项下已规定,大黄素、大黄酚的总量不少于 0.5%。因此,建议 黄连上清丸质量标准项下,增加 大黄游离蒽醌的含量测定。

参考文献:

[1] 薛玉梅. 黄连上清系列品种的质量比较 [J]. 中成药, 1995, 17 (10): 17-19.
[2] 王达妹,李雪宁,陈伟力,等. HPLC法测定 黄连上清片中 大黄素的含量 [J]. 中成药, 1995, 17(2): 16-17.
[3] 姚仲青,金芳. HPLC法测定 黄连上清丸中 黄芩苷含量 [J]. 中草药, 1999, 30(8): 590.
[4] 李 丽. HPLC法测定 黄连上清丸中 栀子苷的含量 [J]. 中成药, 2000, 22(2): 133-134.