

# RP-HPLC法测定胃肠静胶囊中大黄素和大黄酚的含量

黎炳华,王蔚\*

(广州中一药业有限公司,广东 广州 510140)

胃肠静胶囊由大黄、苏梗、川楝子等组成,以清热解郁、理气止痛、活血祛瘀为治疗原则,主要用于胃及十二指肠溃疡郁热证或兼有气滞血瘀证。其中,大黄为君药,所含大黄素有明显的抗菌作用,大黄酚也有不同程度的抑菌作用<sup>[1]</sup>,为本品有效成分之一,故制定大黄素、大黄酚的含量测定方法,以有效地控制产品质量。

## 1 仪器与试剂

HP-1100高效液相色谱仪(美国惠普公司),甲

醇(色谱纯),大黄素、大黄酚(中国药品生物制品检定所提供),其他试剂均为分析纯。胃肠静胶囊(广州中一药业有限公司生产)。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Alltech-C<sub>18</sub>柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm); 柱温: 室温; 流动相: 甲醇-0.1%磷酸溶液(85:15)<sup>[2]</sup>; 流速: 1 mL/min; 检测波长: 440 nm; 进样量: 10 μL。色谱柱的理论板数按大黄素计不低于 5 000。色谱图见图 1。

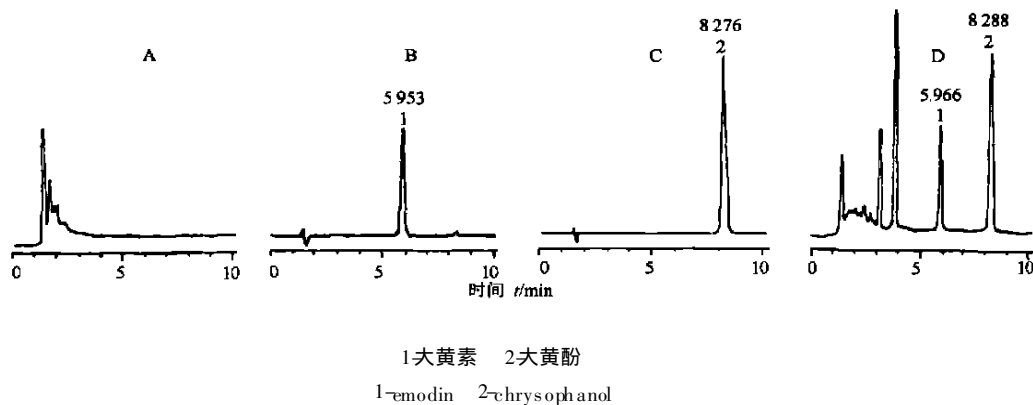


图 1 空白对照(A)、大黄素对照品(B)、大黄酚对照品(C)和胃肠静胶囊供试品(D)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of blank (A), emodin reference substance (B), chrysophanol reference substance (C) and Weichangjing Capsule sample (D)

2.2 线性关系的考察: 精密称取大黄素对照品 2.02 mg、大黄酚对照品 1.92 mg, 分别置 50 mL、25 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 分别精密量取大黄素溶液、大黄酚溶液各 5 mL, 分别置 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(大黄素含量为 8.08 μg/mL、大黄酚含量为 15.36 μg/mL), 分别吸取 2, 6, 10, 14, 18 μL 注入液相色谱仪, 测定峰面积积分值。以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 得其回归方程。大黄素:  $Y = -17.241284 + 2.367725X, r = 0.99930$ ; 大黄酚:  $Y = -32.507734 + 2.343850X, r = 0.99989$ 。表明大黄素在 16.16~145.44 ng、大黄酚在 30.72~276.48 ng 与峰面积呈良好线性关系。

2.3 空白试验: 取除大黄外的其他药材按处方组成

的剂量, 按工艺要求制备成缺大黄的阴性样品, 按供试品溶液的制备方法操作, 制得空白对照液。取空白对照液注入液相色谱仪, 结果在大黄素、大黄酚的主峰位置无其他干扰峰出现。

2.4 重现性试验: 取同一批样品(批号 D00010) 6 份, 按供试品测定项下方法测定。结果大黄素含量为 0.092 mg/粒,  $RSD = 2.27\%$ , 大黄酚含量为 0.165 mg/粒,  $RSD = 2.10\%$ 。

2.5 加样回收试验: 取已知含量的样品(批号 D00010) 5 份, 各约 0.55 g, 精密称定, 分别加入相当于 202 μg 大黄素对照品溶液和相当于 378.12 μg 大黄酚对照品溶液, 挥去溶剂后按供试品测定项下方法操作, 计算得大黄素的平均回收率为 103.9%,  $RSD = 2.07\%$ ; 大黄酚平均回收率为 97.1%,

$RSD=2.36\%$ 。

2.6 精密度试验:取同一供试品溶液(批号 D00010)连续进样 6 次,每次  $10\mu\text{L}$ ,分别测定其峰面积。结果大黄素峰面积  $RSD=1.93\%$ ,大黄酚峰面积  $RSD=1.19\%$ 。

2.7 稳定性试验:取同一供试品溶液(批号 D00010)按上述条件分别在 0, 1, 2, 4, 24 和 72 h 进样,每次进样  $10\mu\text{L}$ ,结果表明供试品溶液在 72 h 内稳定。大黄素峰面积  $RSD=2.89\%$  ( $n=6$ ),大黄酚峰面积  $RSD=3.36\%$  ( $n=6$ )。

2.8 供试品溶液的制备及测定<sup>[2]</sup>:取胃肠静胶囊内容物 1.1 g,精密称定,置 50 mL 锥形瓶中,精密加甲醇 25 mL,称定质量,加热回流 30 min,放冷,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 5 mL,置 50 mL 圆底烧瓶中,挥去甲醇,加 2.5 mol/L 硫酸溶液 10 mL,加热水解 20 min,再加氯仿 10 mL,加热回流 1 h,冷却,移至分液漏斗中,用少量氯仿洗涤容器,并入分液漏斗中,分取氯仿层,酸液用氯仿提取 2 次,每次约 8 mL,合并氯仿液,以无水硫酸钠脱水,氯仿液移至 100 mL 锥形瓶中,挥去氯仿,残渣精密加甲醇 10 mL,称定质量,置水浴中微热溶解残渣,放冷后,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。分别精密吸取上述两种对照品溶液与供试品溶液各  $10\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,照上述色谱条件测定,计算含量。结果见表 1。

表 1 胃肠静胶囊中大黄素及大黄酚的含量 ( $n=2$ )

Table 1 Content of emodin and chrysophanol in Weichangjing Capsule ( $n=2$ )

批号	大黄素含量 / ( $\text{mg} \cdot \text{粒}^{-1}$ )	大黄酚含量 / ( $\text{mg} \cdot \text{粒}^{-1}$ )
D00010	0.092	0.165
D00009	0.096	0.189
D00008	0.095	0.167

### 3 讨论

3.1 目前市场上大黄药材质量不稳定,仅用大黄素作为定量指标不足以控制胃肠静胶囊的质量,所以同时以大黄酚作为定量指标,通过对 HPLC 的方法学考察,认为该含量测定方法准确、可靠、快速、重现性好,可用于控制该药的质量。

3.2 测定波长的选择:检测波长在 254 nm 时<sup>[2]</sup>,供试品 HPLC 图基线漂移,组分间分离度不理想,说明此检测波长不适用于本品 HPLC 测定。经过全波长扫描及进一步摸索,发现被测组份在 430 nm 左右有较好的吸收,经过对此范围内的波长进行选择,最后选定 440 nm 作为本法的检测波长,在此波长下基线较平且稳定,且被测组份无干扰。

### References

- [1] Information Center of Chinese Herbal Medicine, State Pharmaceutical Administration of China. *Handbook of Active Components in Phytomedicines* (植物药有效成分手册) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.
- [2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol 1.

## 进口药材西洋参 番泻叶中有机氯类农药残留量分析

李玲玲,袁文杰,张水龙,黄惠琼\*  
(厦门市药品检验所,福建 厦门 361012)

有机氯农药是一类高效广谱杀虫剂,曾成为世界各国使用量最大的杀虫剂,它属于神经毒物和实质脏器毒物,可致癌。有机氯类农药的全球性环境污染及对人类健康的危害正引起世界各国有关部门的高度重视。虽然日本于 1971 年起限制使用该类药物,美国于 1973 年宣布禁用六六六 (BHC) 和滴滴涕 (DDT),我国也于 1978 年宣布停止生产六六六和 DDT,但由于该类农药化学性质稳定,不易分解,能长期在水域、土壤和生物有机体内储存,特别是生物链有极强的富集作用,致使在禁用 20 年后仍在土壤

以及天然药物和动物脂肪中检出有机氯类农药的残留<sup>[1,2]</sup>。因此,对天然药物中农药残留进行检测,预防慢性中毒是十分必要的。

本实验收集口岸进口的西洋参、番泻叶药材,采用 GC-ECD 检测,对其中的有机氯类农药残留分析测试,以了解国外在禁用 BHC、DDT 20 余年后,该类农药在天然药材中的残留水平,制订安全措施。

### 1 仪器与试剂

日本岛津 Shimadzu GC-17A 气相色谱仪 (包括 <sup>63</sup>Ni 电子捕获检测器), DB-5 弹性石英毛细管柱 (30