

实验结果显示,不同厂家生产的注射液中去乙酰基车叶草苷酸和鸡屎藤次苷量差异较大,说明注射液质量在一定程度上有较大差异。这可能与白花蛇舌草药材的来源、产地、采收期及注射液制备工艺等有关。

参考文献:

[1] 郑宏钧,詹亚华.现代中药材鉴别手册[M].北京:中国医药科技出版社,2001.

- [2] 逯萍,戴乾圆.白花蛇舌草化学成分研究进展[J].北京工业大学报,2000,26(3):68.
- [3] 张才华,郭兴杰,薛秀峰,等.HPLC测定白花蛇舌草注射液中对香豆酸的含量[J].中国药学杂志,2004,39(11):854.
- [4] 郭云珍,宝炉丹,潘永玉,等.HPLC法同时测定白花蛇舌草注射液中2种成分的含量[J].药物分析杂志,2007,27(8):1158.
- [5] 周昕,谢瑞芳,顾希钧.白花蛇舌草注射液中齐墩果酸的含量测定[J].杭州师范学院学报:医学版,2008,28(5):410.
- [6] 张瑜,谈献和,李伟,等.白花蛇舌草中熊果酸的含量测定[J].中国野生植物资源,2005,24(3):46.

HPLC法测定麻仁丸中厚朴酚、和厚朴酚、大黄素和大黄酚

刘翔*

(江苏省镇江药品检验所,江苏 镇江 212003)

摘要:目的 建立同时检测麻仁丸中厚朴酚、和厚朴酚、大黄素及大黄酚的测定方法。方法 采用HPLC法。 C_{18} 色谱柱;甲醇-0.1%磷酸水溶液为流动相,进行梯度洗脱;体积流量1.0 mL/min;检测波长254 nm。结果 根据回归方程,4种成分线性范围:和厚朴酚6.285~62.85 $\mu\text{g/mL}$, $R^2=0.9996$;厚朴酚14.57~145.7 $\mu\text{g/mL}$, $R^2=0.9996$;大黄素2.744~27.44 $\mu\text{g/mL}$, $R^2=0.9993$;大黄酚6.828~68.28 $\mu\text{g/mL}$, $R^2=0.9992$;平均回收率:和厚朴酚98.8%,RSD为1.0%($n=6$),厚朴酚99.9%,RSD为1.4%($n=6$),大黄素98.9%,RSD为2.0%($n=6$),大黄酚98.4%,RSD为1.6%($n=6$)。结论 该方法操作简便、准确,重复性好,可用于麻仁丸的质量控制。

关键词:麻仁丸;厚朴酚;和厚朴酚;大黄素;大黄酚;高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2010)04-0582-02

麻仁丸收载于《中国药典》2005年版一部,由火麻仁、大黄、苦杏仁、枳实(炒)、厚朴(姜制)、白芍(炒)组成,具润肠通便之功效,用于肠燥便秘等症。麻仁丸的测定是检测其中的大黄素和大黄酚,本实验参考相关报道^[1~3]增加了对其中厚朴药材有效成分厚朴酚、和厚朴酚的测定,并同时检测游离的大黄素和大黄酚,有别于原标准中通过酸水解测定大黄素和大黄酚总量的方法,该方法操作简便、准确,重复性好,有利于更好的对麻仁丸进行质量评价和监控。

1 仪器与试剂

Waters2695液相色谱仪,Empower色谱工作站(美国沃特斯公司),DAD检测器;AG-245电子分析天平(瑞士梅特勒公司)。

厚朴酚(批号110729-200310)、和厚朴酚(批号110730-200609)、大黄素(批号110756-200110)、大黄酚(批号110796-200615)对照品均购自于中国药品生物制品检定所;甲醇(分析纯、色谱纯);麻仁丸(批号080618,杭州胡庆余堂药业有限公司;批号071102,南京同仁堂药业有限责任公司;批号070712,江苏七〇

七天然制药有限公司),均为小蜜丸。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:岛津 C_{18} 色谱柱(150 mm×6.0 mm,5 μm);流动相为甲醇(A)-0.1%磷酸水溶液(B);洗脱程序为:0~4 min,A为78%;4~18 min,A为78%~90%;18~20 min,A为90%~78%;体积流量:1.0 mL/min;检测波长:254 nm;柱温为30℃;进样量10 μL 。色谱图见图1。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取和厚朴酚、厚朴酚、大黄素和大黄酚适量,分别配成质量浓度为20.95、48.57、9.145、22.76 $\mu\text{g/mL}$ 混合对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取供试品1.5 g,精密称定,精密加入甲醇50 mL,称定质量,加热回流1 h,用甲醇补足质量,滤过,取续滤液,即得。

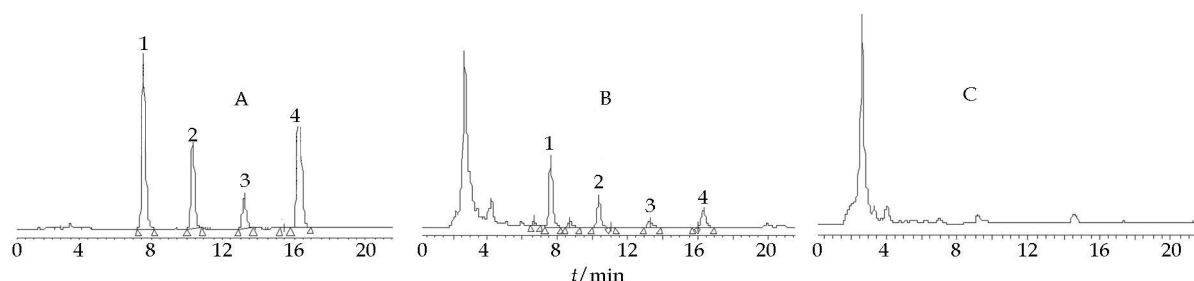
2.4 阴性溶液的制备:取不加厚朴和大黄的空白样品按照供试品溶液的制备项下的方法,制成溶液即得。

2.5 线性关系考察:取适量对照品溶液,分别进样3、5、10、15、20、30 μL ,由峰面积对浓度求得工作曲线,得回归方程。和厚朴酚: $A=57.109C-16.129$,

①收稿日期:2009-07-12

作者简介:刘翔(1970—),男,副主任药师,硕士,从事药品检验及质量标准研究。

Tel:(0511)88616000-8202 E-mail:liuxiang8941@163.com



1 和厚朴酚 2 厚朴酚 3 大黄素 4 大黄酚

1 honokiol 2 magnolol 3 emodin 4 chrysophanol

图 1 混合对照品(A)、麻仁丸(B)和阴性对照(C)HPLC图谱

Fig 1 HPLC Chromatograms of mixed reference substances (A), Maren Pills (B), and negative sample (C)

$R^2 = 0.9996$, 线性范围: $6.285 \sim 62.85 \mu\text{g/mL}$ 。厚朴酚: $A = 12.939$ $C = 6.219$, $R^2 = 0.9996$, 线性范围: $14.57 \sim 145.7 \mu\text{g/mL}$ 。大黄素: $A = 27.789$ $C = 2.967$, $R^2 = 0.9993$, 线性范围: $2.744 \sim 27.44 \mu\text{g/mL}$ 。大黄酚: $A = 47.718$ $C = 6.098$, $R^2 = 0.9992$, 线性范围: $6.828 \sim 68.28 \mu\text{g/mL}$ 。

2.6 精密密度试验: 取同一麻仁丸供试品溶液(批号 070712), 连续进样 5 次, 测定峰面积值, 计算得和厚朴酚 RSD 为 0.4%, 厚朴酚 RSD 为 1.6%, 大黄素 RSD 为 1.6%, 大黄酚 RSD 为 1.2%。

2.7 稳定性试验: 取同一麻仁丸供试品溶液(批号 070712), 分别与 0、2、4、6、8 h 进样, 测定峰面积值, 计算得和厚朴酚 RSD 为 0.7%, 厚朴酚 RSD 为 1.8%, 大黄素 RSD 为 1.7%, 大黄酚 RSD 为 1.2%。

2.8 重现性试验: 取同一批麻仁丸(批号 070712) 6 份, 按供试品溶液制备项下方法进行制备, 在上述色谱条件下分别进样测定并计算。和厚朴酚平均质量分数为 1.887 mg/g , RSD 为 1.2%; 厚朴酚质量分数为 3.604 mg/g , RSD 为 1.6%; 大黄素质量分数为 0.403 mg/g , RSD 为 1.9%; 大黄酚质量分数为 0.702 mg/g , RSD 为 1.5%。

2.9 加样回收试验: 取批号 070712 麻仁丸 6 份, 精密称取 0.75 g (约相当于和厚朴酚 1.415 mg 、厚朴酚 2.703 mg 、大黄素 0.3025 mg 和大黄酚 0.5263 mg), 精密加入对照品溶液(和厚朴酚、厚朴酚、大黄素、大黄酚质量浓度分别为 0.2832 、 0.5406 、 0.06415 、 0.1053 mg/mL) 4、5、6 mL 各两次, 精密加入甲醇 50 mL, 称质量, 加热回流 1 h, 用甲醇补足质量, 滤过, 取滤液即得。并按上述色谱条件进行测定, 结果和厚朴酚、厚朴酚、大黄素、大黄酚的平均回收率和 RSD 分别为 98.8%、1.0%, 99.9%、1.4%, 98.9%、2.0%, 98.4%、1.6% ($n = 6$)。

2.10 样品的测定: 取不同厂家麻仁丸 3 批, 按供试品溶液制备项下方法进行测定, 按外标法计算, 结果见表 1。

表 1 麻仁丸中有效成分的测定结果($n = 3$)Table 1 Determination of active components in Maren Pills ($n = 3$)

批号	和厚朴酚/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	厚朴酚/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	大黄素/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	大黄酚/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
080618	0.2129	1.693	0.3210	0.5828
071102	0.5698	1.782	0.3666	0.6420
070712	1.8870	3.604	0.4033	0.7017

3 讨论

3.1 提取方法的选择: 试验开始阶段, 分别使用超声处理 60 min 和加热回流提取 60 min 两种方法处理了样品^[3], 实验结果显示后者较前者质量分数高, 故采用加热回流提取 60 min 的方法对样品进行处理。

3.2 吸收波长的选择: 通过文献知道大黄素、大黄酚的最大吸收在 254 nm ^[3,4], 和厚朴酚、厚朴酚的最大吸收在 294 nm ; 实验中发现大黄素、大黄酚在 294 nm 峰形与在 254 nm 峰形相比小许多, 而和厚朴酚、厚朴酚在 254 nm 的峰形与在 294 nm 峰形差不多, 且峰形好, 故采用 254 nm 为本实验的吸收波长。

3.3 梯度洗脱的选择: 梯度洗脱前 4 min 保持等度, 是为了让和厚朴酚与前面的峰完全分开; 回复梯度的原始状态用时 2 min, 该转变不能太快, 否则仪器会堵。

参考文献:

- [1] 姜宁, 刘晓鹏. HPLC 法测定快速溶剂萃取开胸顺气丸中厚朴酚与和厚朴酚[J]. 中草药, 2008, 39(5): 699
- [2] 杨鸽华, 石森林, 戴文芸. HPLC 法定养血安神分散片中大黄素[J]. 中草药, 2008, 39(12): 1824
- [3] 王启砚. HPLC 法测定麻仁丸中大黄素和大黄酚的含量[J]. 中国药师, 2006, 9(7): 622-623
- [4] 邹建荣. 高效液相色谱法测定麻仁丸中三种大黄蒽醌成分的含量[J]. 时珍国医国药, 2001, 12(11): 976-977