

文章编号: 1009-038X(2004)04-0101-03

山楂、决明子颗粒剂中大黄酚的测定

杨芳, 王兰

(陕西科技大学 生命科学与工程学院 陕西 咸阳 712081)

摘要: 采用高效液相色谱法测定了山楂、决明子颗粒剂中大黄酚的含量。以 VP-ODS(4.6 mm × 150 mm)为色谱柱, 流动相甲醇: 质量分数 0.1% 磷酸溶液(体积比)为 90: 10, 检测波长 254 nm, 柱温为室温, 大黄酚平均保留时间为 7.27 min, 平均加样回收率为 99.33%, RSD 为 1.87% ($n=4$), 线性范围 2.9 ~ 29.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($r=0.9999$, $n=6$)。样品大黄酚的质量分数为 0.055 7%。该方法准确, 灵敏度高, 可作为该制剂的质量控制标准。

关键词: 山楂; 决明子; 大黄酚; 高效液相色谱法

中图分类号: O 657.7

文献标识码: A

Determination of Chrysophanol in Seman Cassia and Haw Granules

YANG Fang, WANG Lan

(Shaan Xi University of Science & Technology, Xian'yang 712081, China)

Abstract: The effective ingredient in JiangZhi Granules - chrysophanol was determined by high performance liquid chromatography (HPLC). The measurement was conducted by a VP-ODS column(4.6 mm × 150 mm) with the mobile phase of methanol/0.1% phosphoric acid(90: 10), at room temperature, and detected with an UV detector at 254 nm. The average retention time of chrysophanol was 7.27 min, the average recovery rate was 99.33%, RSD was 1.87% ($n=4$), and a linear range was at 2.9 ~ 29.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($r=0.9999$, $n=6$). The chrysophanol concentration in the sample was 0.055 7%. This method can be used as the product measurement standard with high accuracy and sensitivity.

Key words: haw; seman cassia; chrysophanol; HPLC

山楂、决明子颗粒剂是由药食同源的决明子、山楂和枸杞等复方组成。现代研究证明, 决明子中蒽醌类化合物(大黄酚、大黄素等)是降血脂的主要成分之一^[1]; 山楂中因含黄酮类有机酸和三萜类化学成分而具有消食健胃、降血脂的功效^[2]; 枸杞可有效降低血清中甘油三酯(TG)、胆固醇(TC)、低密度脂蛋白(LDL)含量及低密度脂蛋白/高密度脂蛋白(LDL/HDL)比值, 从而具有明显的降血脂

作用^[3]。它们价格低廉, 来源广泛, 毒副作用低, 合用可起到降血脂的功效。

本实验采用高效液相色谱法(HPLC)对其有效成分大黄酚进行了定量测定, 以控制其质量。

1 实验材料

1.1 原料

收稿日期 2003-11-12; 修回日期 2004-03-08.

作者简介: 杨芳(1979-), 女, 陕西咸阳人, 药物制剂硕士研究生.

万方数据

大黄酚对照品:中国药品生物制品鉴定所提供;山楂、决明子颗粒剂:自制。

1.2 试剂与仪器

试剂:甲醇,氯仿,硫酸,体积分数95%乙醇,磷酸,除甲醇为色谱纯外,其余均为分析纯。

仪器:LC-10AVP 高效液相色谱仪:日本岛津公司产品。

2 实验结果

2.1 色谱分离条件

色谱柱:VP-ODS(4.6 mm × 150 mm);流动相:甲醇:质量分数0.1%磷酸溶液(体积比)90:10;体积流量:1.0 mL/min;检测波长:254 nm;柱温:室温;检测器:紫外检测器;进样量:20 μL。

在上述条件下进行对照品、颗粒剂样品中大黄酚的HPLC测定,结果见图1。

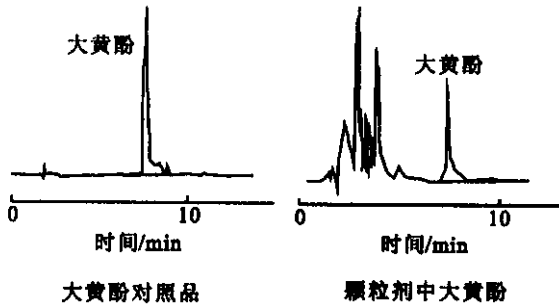


图1 对照品、颗粒剂色谱图

Fig. 1 The chromatographic graph of contrast and granules

2.2 供试品溶液的制备

称取山楂、决明子颗粒剂1.000 0 g,置具塞三角瓶中,加蒸馏水50 mL,在80 °C水浴温浸45 min,取出,离心(3 000 r/min 30 min)吸取上清液2 mL置于20 mL具塞试管中,加5 mol/L硫酸溶液2 mL,沸水浴水解2 h,取出放至室温,将水解液移入分液漏斗中,用氯仿振摇提取3次(8 8 4 mL)合并氯仿液,用蒸馏水洗涤氯仿2次;合并氯仿液并蒸干,残渣加甲醇溶解后全部转移至10 mL容量瓶中,定容,摇匀,即得供试品溶液。按色谱条件进行测定。

2.3 标准曲线的制备

称取大黄酚对照品2.900 0 mg,置于50 mL棕色容量瓶中,溶解后定容,摇匀,得质量浓度为58 μg/mL的对照品母液。分别吸取0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL该母液于10 mL容量瓶中加甲醇稀释至刻度,摇匀即得对照品系列溶液。按上述色谱条

件进行测定,将所测得的峰面积和大黄酚质量浓度进行线性回归,计算回归方程,结果见表1。

表1 大黄酚标准曲线实验结果

Tab. 1 The result of the chrysophanol standard curve

进样次数	质量浓度/(μg/mL)	峰面积 A
1	2.9	341666
2	5.8	668731
3	11.6	1418387
4	17.4	2216710
5	23.2	2944777
6	29.0	3709331

由以上数据得线性回归方程: $A = 12\,937.8C - 63\,633.6$ ($r = 0.999\,9$) 线性关系良好,线性范围为2.9 ~ 29 μg/mL。

2.4 精密度实验

取大黄酚对照品溶液,重复进样5次,得色谱图,按峰面积计算相对标准差(RSD)值,结果见表2。

表2 大黄酚精密度实验结果

Tab. 2 The result of the chrysophanol precision

峰面积 A	RSD/%
1911086	
1943333	
1954876	0.93
1943375	
1920144	

2.5 稳定性实验

取大黄酚对照品2.9 μg/mL溶液,在0, 2, 4, 6 h时分别进样,记录峰面积,计算4次进样峰面积的RSD值,结果见表3。

表3 大黄酚稳定性实验结果

Tab. 3 The result of the chrysophanol stability

进样时间/h	峰面积 A	RSD/%
2	391338	
4	398058	1.92
6	383051	

2.6 重现性实验

准确称取山楂、决明子颗粒剂3份,按供试品制备方法提取后进样测定,记录峰面积,计算RSD值,结果见表4。

表4 重现性实验结果

Tab. 4 The result of the repeatability

实验次数	峰面积 A	RSD/%
1	392354	
2	393008	1.99
3	378768	

2.7 回收率实验

称取已知含量的山楂、决明子颗粒剂样品4份,分别准确加入大黄酚对照品溶液后置80℃水浴中挥发干,依2.2方法提取后,按色谱条件进样测定,结果见表5。

表5 回收率实验结果

Tab. 5 The result of recovery

样品质量/g	加入标准品质量/mg	峰面积 A	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
0.1009	0.118	91310	98.02		
0.0999	0.118	92093	99.36	99.33	1.87
0.1000	0.118	91679	98.74		
0.1001	0.118	93736	101.20		

2.8 颗粒剂样品中大黄酚含量的测定

准确称取山楂、决明子颗粒剂1.0000g,依2.2方法制备后,按色谱条件进样测定,采用外标峰面积法,计算出颗粒剂样品中大黄酚的含量,结果见表6。

表6 颗粒剂样品中大黄酚含量的测定结果

Tab. 6 The measurement result of the chrysophanol in granule samples

样品	峰面积 A	质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	大黄酚质量/ μg	质量分数/%	平均值/%	RSD/%
1	36973	0.7781	194.517	0.0579		
2	74062	1.0634	265.857	0.0589	0.0557	0.48
3	327605	3.0142	753.540	0.0502		

3 结论

1) 通过 HPLC 法对山楂、决明子颗粒剂中有效成分大黄酚的测定,3批样品中大黄酚的平均质量分数为0.0557%,RSD为0.48%。可见,该方法准确、灵敏、简便,可以作为该制剂的质量控制标准之一,从而为该颗粒剂的制备工艺、质量研究及药理实验提供可靠的依据。

2) HPLC 法测定时流动相的选择:曾选用甲醇:质量分数0.5%磷酸溶液(体积比)为80:20,90:10,72:28;甲醇:质量分数0.1%磷酸溶液(体积比)为80:20,90:10,72:28;甲醇:质量分数0.1%高氯酸溶液(体积比)为80:20等流动相进行实验。结果表明,以甲醇:质量分数0.1%磷酸溶液(体积比)为90:10作为流动相效果较好,出峰时间合适,峰形对称,分离效果较好。

参考文献:

- [1] 郝延军,桑育黎,赵余庆. 决明子的研究进展[J]. 中草药, 2001, 32(9): 858-859.
- [2] 李贵海,孙敬勇,张希林,等. 山楂降血脂有效成分的实验研究[J]. 中草药, 2002, 33(1): 50-52.
- [3] 衣艳君. 枸杞降血脂作用的实验研究[J]. 首都师范大学学报(自然科学版), 2000, 21(4): 68-70.

(责任编辑 杨勇)