



论著 | 老中医经验 | 学术探讨 | 临床报道 | 中药与方剂 | 学院专栏 | 综述 | 短篇报道 | 成药研究  
消息 | 首医大中医药学院专栏 | 针灸经络 | 实验研究 | 燕京医史 | 中药房管理 | 临床中医学 | 中药制备 | 临床用药  
中成药与单味中药研究 | 中药炮制与鉴别 | 临床中药学

北京中医  
<http://bjtcm.itcmedu.com>



标准刊号：ISSN1000-4599 CN11-2558/R

• 本刊介绍 • 在线投稿 • 在线征订 >> 进入 北京中医药教育在线

会员登陆区

用户名：  
密 码：  
忘记密码   
免费注册

2004年第12期 — 实验研究

## 高效液相色谱法测定洁康舒洗剂中大黄酸大黄素及大黄酚的含量

作者：解放军第163中心医院药剂科实验室(410003) 刘腊娥 陈立新 刘凌云 田益 点击次数：477  
民 次

内容检索

请输入标题

请输入作者名

以往期刊查询

选择查询年份   
选择查询期刊

精品推荐

洁康舒洗剂为本院临床经验方，由大黄、黄柏、苦参等多味药材组成。主要用于肛肠疾患、湿疹及妇科带下等疾病的治疗。本文对方中君药的有效成分进行了研究，选择该制剂中主要有效成分大黄酸、大黄素及大黄酚等采用高效液相色谱法进行含量测定。结果制剂中的主要成分得到了有效分离，含量准确，重现性好。为洁康舒洗剂质量标准的制定提供了可行的量化指标。

### 1 仪器与试剂

Waters高效液相色谱仪系统 600泵和控制器；717自动进样器；486检测器；PC800色谱工作站(美国Waters公司)；1/10万电子分析天平(瑞士)。

甲醇为色谱醇、磷酸为分析醇；洁康舒洗剂(本院生产批号分别为：030227 030305 030425 030507 030508)；对照品：大黄酸、大黄素及大黄酚均为中国药品生物制品检定所购制(批号0796—20006)。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱Symmery(2.5em X 4.6mm, 5btm)；预柱symmry(2.5emX4.6mm)；流动相为甲醇：水，磷酸(80：20：0.1)；柱温24℃；检测波长432nm；流速为1.0ml·rain”。

#### 2.2 对照品溶液的制备

精密称取对照品大黄酸、大黄素及大黄酚适量置100ml量瓶中，加甲醇溶解、摇匀，制成含大黄酸76.00ug·ml”；大黄素17.50ug·ml”；大黄酚24.00ug·ml”的混合对照品溶液，摇匀，作为对照品储备液(置冰箱保存)。精密吸取混合对照品储备液1、2、3、4、5ml置10ml量瓶中，加甲醇至刻度、摇匀，作为对照品稀释液备用。

#### 2.3 供试品溶液制备

精密吸取洁康洗剂2ml置10ml量瓶中，加2mol/LH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>1.2ml置水浴加热1h，加甲醇至近刻度，超声20rain，放冷、加甲醇至刻度摇匀。用0.45t<sup>~</sup>m微孔膜滤过，取续滤液作为供试品溶液。

#### 2.4 阴性对照液制备

取处方药材(除去大黄)按洁康舒洗剂生产工艺同法制备缺大黄的阴性对照溶液。精密吸取阴性对照溶液2ml按“2.3”供试品溶液制备项下同法制备阴性对照液。

#### 2.5 线性范围考察

精密吸取备用对照品稀释液20t,1注入色谱仪，按“2.1”色谱条件进行测定，所得峰面积响应值A与样品浓度C(ue. ml—)进行线性回归得线性方程为大黄酸C：7.3159X10”+1.8966X10—5F—0.9994)；大黄素C：1.0513+1.5680X10—5；大黄酚C：1.226+1.4684X10” (r：0.9999)。结果表明大黄酸在7.60—38.00ug—ml”；大黄素在1.75—8.75ug. ml”；大黄酚在2.40—1200ug. ml1范围内均具有良好的线性关系。

#### 2.6 方法专属性试验

采用上述方法对混合对照品溶液、阴性对照液及样品供试品溶液按“2.1”色谱条件进行检测。由图A可见混合对照品峰1与峰3及图B样品的杂质峰与主峰之间均有较好的分离，而图C阴性对照液色谱与其相应位置无干扰峰。



## 2. 7 精密度试验

精密吸取备用对照品稀释液按样品含量测定方法操作，进样5次，每次20 $\mu$ l，混合对照品峰面积的RSD分别为大黄酸0.64%；大黄素为1.02%；大黄酚为0.92% (n=5)。

## 2. 8 稳定性试验

精密吸取样品供试液20 $\mu$ l，每隔1h进样1次，共进样5次，结果样品供试液在4h内稳定P<0.01 (n=5)。

## 2. 9 重复性试验

精密吸取同一批号(030507)洁康舒洗剂2ml(5份)，按样品含量测定方法测定，结果测得平均含量大黄酸为88.09 $\mu$ g $\cdot$ ml<sup>-1</sup>大黄素为25.03 $\mu$ g $\cdot$ ml<sup>-1</sup>；大黄酚为50.90 $\mu$ g $\cdot$ ml<sup>-1</sup>。IRSD分别为0.39%；0.71%；0.51% (n=5)。

## 2. 10 回收率试验

精密取已知浓度的样品2ml(5份)，分别精密加入混合对照溶液1ml，按样品含量测定方法测定，结果测得平均回收率大黄酸为98.02%，大黄素为96.63%，大黄酚为97.05%，PtSD分别为1.78%、1.20%、1.15%，(n=5)。

## 2. 11 样品含量测定

取洁康舒洗剂5批，按“2.3”供试品制各项下同法操作制备供试品溶液。精密取供试品溶液20 $\mu$ l注入色谱仪，按外标法计算洁康洗剂中大黄酸(Ct506H4)、大黄素(C1506H5)、大黄酚(C1506H6)的含量。结果见表1。

表1 样品含量测定结果

Samples	测得值/Mg*ML <sup>-1</sup> (N=3)					
	Rhen - x	RSD%	Emodin - x	RSD%	chrgsophanol - x	RSD%
030428	89.45	0.16	24.12	0.49	48.93	0.72
030507	88.09	0.39	25.03	0.71	50.90	0.51
030508	81.09	0.75	24.51	0.53	49.18	0.70
031202	98.25	0.85	25.54	0.62	53.12	0.85
031220	98.72	0.67	30.85	1.21	53.52	0.93

## 3 小结与讨论

3.1 本文对洁康舒洗剂中主要有效成分大黄酸、大黄素及大黄酚进行了含量测定，本实验方法使混合对照品及样品中的三种有效成分均得到满意的分离。混合对照品大黄酸与大黄素及大黄酚的分离度为2.07及1.72，理论板数分别按大黄酸、大黄素及大黄酚峰面积计均大于20000，拖尾因子均小于1.05。

3.2 含量测定方法中对文献[1-2]报道加入HCl或H2SO4以及加入酸的量，水解、超声时间等分别进行了考察。发现加入上述两种酸对测定结果无明显差异，但HCl挥发性大，不利于操作，对仪器的腐蚀亦大，故选择加入H2SO4水解，其水解时间为1h，浓度为2mol/L，用量为1.2ml较合适，超声时间为20分钟。

3.3 该制剂组方复杂，但本实验方法将该洗剂中主要成分能有效分离，为洁康舒洗剂质量标准的制定提供了科学依据，具有实际参考意义。

### 参考文献

1. 冯艳，张亮，吴峰等，高效液相色谱法测定心脑血管舒平中大黄素和大黄酚的含量[J]. 中国药科大学学报，2001，32(1)：44—46.

2. 韩峰超，L跃华，冯雪松等，高效液相色谱法测定热素平胶囊中大黄素及大黄酚的含量[J]. 中国药品标准，2001，2(1)，59.

■ 相关链接

- ◆ 用中药珠珀散体外抑菌作用和细胞迁移的影响
- ◆ 清热强脊颗粒主要药效学研究\*
- ◆ 糖尿病患者血浆内皮素、一氧化氮与中医辨证分型关系初探
- ◆ 排石饮液对实验性胆结石的拮抗作用研究

地址：北京东单三条甲七号 邮政编码：100005 电话：（010）65251589