

# 高效液相色谱法测定复方芦荟胶囊中芦荟苷的含量

牛其云<sup>①</sup>, 郭萍<sup>①</sup>, 张莲玉<sup>②</sup>

**[摘要]** 目的 对复方芦荟胶囊中指标成分芦荟苷的含量测定方法进行研究。方法 采用反相高效液相色谱法, 色谱柱: Polaris C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) ODS柱, 流动相: 水-甲醇 (58:42), 流速: 1.0 ml/min, 检测波长: 359 nm; 柱温: 室温。结果 芦荟苷在 0.10~0.70 μg 范围内呈良好的线性关系 ( $r = 0.9997$ ), 平均回收率为 100.13%, RSD 为 1.7% ( $n = 9$ )。结论 本法测定复方芦荟胶囊中芦荟苷的含量, 操作简便, 重复性良好。

**[关键词]** 芦荟苷; 高效液相色谱法; 复方芦荟胶囊

**[中图分类号]** R927.2

**[文献标志码]** A

**[文章编号]** 1008-9926(2011)03-0244-02

**[DOI]** 10.3969/j.issn.1008-9926.2011.03.019

## Determination of Aloin in the *Fufangluhui* Capsules by High Performance Liquid Chromatography

NIU Qiyun<sup>①</sup>, GUO Ping<sup>①</sup>, ZHANG Lianyu<sup>②</sup>

<sup>①</sup> Laiwu Institute for Drug Control, Laiwu 271100, China

<sup>②</sup> Laiwu Yishoutang Pharmaceutical Limited Company, Laiwu 271100, China

**[Abstract]** **Objective** To establish a reversed-phase high performance liquid chromatography method for determination of assay of aloin in the *Fufangluhui* Capsules. **Methods** Reversed-phase high performance liquid chromatography method was used. A Polaris-C<sub>18</sub> column was used with the mobile phase of methanol/water (58:42) and the flow rate was 1.0 ml/min. The detective wavelength was set at 359 nm and the column temperature was maintained at room temperature. **Results** The calibration curves were linear in the range of 0.10-0.70 μg for aloin ( $r = 0.9997$ ). The average recovery of aloin was 100.13% and RSD was 1.7% ( $n = 9$ ). **Conclusion** The proposed method can be used in the quantitative analysis of aloin as it is simple, economical and accurate with good reproducibility.

**[Key words]** aloin; high performance liquid chromatography; *Fufangluhui* Capsules

复方芦荟胶囊由芦荟、青黛、朱砂、琥珀 4种药材制成, 收录于《卫生部药品标准》中药成方制剂第十八册<sup>[1]</sup>。其质量标准中, 用薄层色谱法对方剂中的芦荟进行定性鉴别。为进一步评价其临床疗效和药理功能, 更好地控制药品质量, 我们以复方芦荟胶囊中芦荟主要有效成分芦荟苷作为指标成分, 利用高效液相法对其定量方法进行了研究。试验证明此芦荟苷含量测定方法操作简便, 专属准确, 具有良好的重复性。

### 1 仪器与试剂

LC-10AT<sub>vp</sub> 高效液相色谱仪, SPD-10A<sub>vp</sub> 紫外检测器 (均为日本岛津制作所); Symmetry C<sub>18</sub> (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) 样品预处理柱 (Waters公司);

作者简介: 牛其云, 副主任药师。研究方向: 药物分析。Tel: (0634) 6227043; E-mail: hopeni@126.com

作者单位: ① 271100 山东莱芜, 莱芜市药品检验所; ② 271100 山东莱芜, 莱芜益寿堂药业有限公司

芦荟苷对照品 (纯度: 98.3%, 中国药品生物制品检定所); 复方芦荟胶囊 (规格: 0.5 g/粒, 河北省临西县制药厂, 批号: 070416, 07043Q, 070518); 甲醇为色谱纯, 重蒸水, 其它试剂均为分析纯。

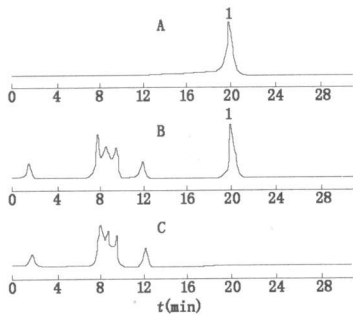
### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Polaris C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) ODS柱; 流动相: 水-甲醇 (58:42), 流速: 1.0 ml/min, 检测波长: 359 nm<sup>[2,3]</sup>; 理论板数按芦荟苷峰计算, 应不低于 3200。

**2.2 溶液的制备** (1) 对照品溶液 精密称取芦荟苷对照品 5 mg 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 精密量取 0.4 ml 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 2~4℃ 贮存备用。(2) 供试品溶液 取复方芦荟胶囊 10 粒, 倾出内容物, 混合均匀, 精密称取约 0.15 g 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇 20 ml 充分振荡后超声处理 30 min 放冷, 用甲醇稀释至刻

度, 摇匀。精密量取 0.4 ml 通过 C<sub>18</sub> 预处理柱, 用甲醇洗脱至 10 ml 量瓶中, 收集洗脱液至刻度, 摇匀, 2~4℃ 贮存备用。(3) 阴性对照溶液 按处方制备工艺制得不含芦荟的阴性样品, 按 (2) 供试品溶液制备方法操作, 得阴性对照溶液。

**2.3 专属性试验** 分别吸取对照品、供试品、阴性对照溶液各 20 μl 注入高效液相色谱仪, 按 2.1 项下色谱条件进行检测, 结果表明阴性对照无干扰, 与相邻峰的分离度为 5.0, 结果见图 1。



A: 对照品; B: 样品; C: 阴性对照; 1: 芦荟苷

图 1 高效液相色谱图

**2.4 线性关系的考察** 精密称取芦荟苷对照品 5 mg 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 分别精密吸取 0.01, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7 ml 分别置 10 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度。分别精密吸取 20 μl 注入液相色谱仪, 测定峰面积。以峰面积 (Y) 及对照品浓度 (X, μg) 绘制标准曲线, 计算得回归方程为:

$$Y = 3889.952X - 19129, r = 0.9997$$

结果表明芦荟苷在 0.10~0.70 μg 范围内呈良好的线性关系。

**2.5 精密度试验** 分别精密吸取芦荟苷对照品溶液 20 μl 按 2.1 项下色谱条件连续重复进样 5 次, 测定峰面积的 RSD 为 1.2%。

**2.6 重复性试验** 取复方芦荟苷胶囊 (批号: 070518) 5 份, 按 2.2 (2) 项下方法制备样品溶液, 2.1 项下色谱条件, 测定, 得 RSD 为 1.8%。

**2.7 稳定性试验** 精密吸取同一 (批号: 070518) 样品溶液 20 μl 于 0, 2, 6, 8, 10, 24 h 进样, 按 2.1 项下色谱条件测定峰面积的 RSD 为 0.62%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

**2.8 回收率试验** 分别精密称取已知含量 (批号: 070518) 的复方芦荟苷胶囊内容物约 0.075 g 分别精密加入芦荟苷对照品 (纯度: 98.3%) 5.97.6, 11.0 mg 各 3 份, 按 2.2 (2) 项下操作, 测定含量, 计算回收率, 见表 1。

表 1 回收率试验结果 (n = 9)

取样量 (g)	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
0.07532	7.82	5.83	13.66	100.14		
0.07510	7.79	5.67	13.38	98.95		
0.07484	7.77	5.76	13.63	102.28		
0.07563	7.85	7.37	15.00	97.17		
0.07517	7.80	7.50	15.29	99.87	100.13	1.7
0.07606	7.89	7.55	15.54	101.27		
0.07526	7.81	10.93	18.68	99.22		
0.07673	7.96	11.11	19.07	100.02		
0.07438	7.72	11.08	18.97	102.22		

**2.9 样品测定** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μl 注入液相色谱仪, 测定。外标法计算样品中芦荟苷含量。3 批样品测定结果见表 2。

表 2 复方芦荟苷胶囊含量测定结果 (n = 3)

批号	芦荟苷含量 (g/g)	RSD (%)
070416	0.099	1.8
070430	0.103	1.3
070518	0.104	1.8

### 3 讨论

复方芦荟苷胶囊所含成分复杂, 甲醇提取液除含蒽醌类成分外, 还含有鞣质、果胶、糖类、黏液质、萜类等多种成分, 直接进样不仅干扰测定, 还会降低色谱柱使用寿命, 故本高效液相色谱法, 采用将提取液通过 C<sub>18</sub> 样品预处理柱滤过, 甲醇洗脱定容后, 再注入高效液相色谱仪。操作简便, 时间短, 结果准确。

芦荟苷易溶于甲醇中, 故选定甲醇做提取溶剂。考虑到芦荟苷在甲醇液中的稳定性, 提取方法选择了超声处理, 并对超声处理时间 15, 30, 45 min 进行了比较, 结果表明超声处理 30 min 提取完全。

稳定性试验表明, 芦荟苷在甲醇溶液中不稳定, 随温度升高芦荟苷含量下降, 可能系产生异构化转化成异芦荟苷, 在高效液相色谱图中表现为芦荟苷峰面积减小而相邻色谱峰峰面积增大。

#### [参考文献]

- [1] 卫生部药品标准. 中药成方制剂 (第 18 册) [S]. 北京: 人民卫生出版社, 1998: 203
- [2] 包国荣, 陈丹, 黄声强. 芦荟苷含量测定方法的比较研究 [J]. 药物分析杂志, 1997, 17(5): 338-339
- [3] Zonta Fabio, Bogoni Paolo, Masotti Paola, et al. High performance liquid chromatographic profiles of abe constituents and determination of abin in beverages with reference To the EEC regulation for flavoring substances [J]. J Chromatogr A, 1995, 718(1): 99-106

(收稿日期: 2010-09-25; 修回日期: 2010-10-09)

(本文编辑 金杨红)