

RP-HPLC 测定调血降脂丸中丹参酮 II_A 的含量

王小龙*, 叶晓娅

(河南省平顶山市食品药品检验所, 河南 平顶山 467000)

[摘要] 目的:建立调血降脂丸中丹参酮 II_A 的含量测定方法。方法:采用反相高效液相色谱法测定含量。色谱柱为 Diamonsil C₁₈; 流动相为甲醇-水(87:13);流速为 1.0 mL·min⁻¹;检测波长为 270 nm。结果:丹参酮 II_A 在(0.11~0.65)μg 范围内与峰面积成良好的线性关系($r=0.9991$);平均加样回收率为 100.1% ($n=5$), RSD=0.3%。结论:该法灵敏、准确,重复性好,可作为调血降脂丸中丹参酮 II_A 的含量测定方法。

[关键词] 反相高效液相色谱;调血降脂丸;丹参酮 II_A; 含量

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)01-0014-03

Determination of Tanshinone II_A in Tiaoxuejiangzhi Pill by RP-HPLC

WANG Xiao-long*, YE Xiao-ya

(Pingdingshan Institute for Drug and Food Control, Pingdingshan 467000, China)

[Abstract] **Objective:** To develop a RP-HPLC method for the determination of tanshinone II_A in Tiaoxuejiangzhi Pill. **Method:** The determination was performed on a Diamonsil C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm). The mobile phase was a mixture of methanol-water (87:13), the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ and the detection wave length was at 270 nm. **Result:** The linear ranges of tanshinone II_A were at (0.11 ~ 0.65) μg ($r=0.9991$); The average recovery was 100.1%, RSD=0.3% ($n=5$). **Conclusion:** The method is sensitive, accurate and reproducible. It can be used to determine the content of tanshinone II_A in Tiaoxuejiangzhi Pill.

[Key words] RP-HPLC; Tiaoxuejiangzhi Pill; Tanshinone II_A; determination

调血降脂丸^[1]由丹参、山楂、泽泻等药物组成,具有补肾活血、祛湿泻浊的功效。其质量标准中没有含量测定。本文采用反相高效液相法对方中君药丹参中的丹参酮 II_A 的含量进行了测定,有分离度好、重复性好,可以有效的控制该制剂的含量。

1 仪器与试剂

1.1 实验仪器 日本岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪;岛津 SPD-10AVP 检测器;Cs-Light 色谱工作站;AG285 电子分析天平。

1.2 药品与试剂 丹参酮 II_A 对照品购于中国药品

生物制品检定所,批号:110766-200315;水为乐百氏纯净水,甲醇为色谱纯(天津科密欧),其他试剂均为分析纯,调血降脂丸自制(批号:20070518、20070519、20070527)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-水 (87:13), 检测波长: 270 nm, 流速: 1.0 mL·min⁻¹, 柱温: 30 °C; 理论塔板数按丹参酮 II_A 峰计算大于 7 000, 分离度大于 2.5。

2.2 对照品溶液的制备 取丹参酮 II_A 对照品适量,精密称定(0.006 8g),置 50 mL 棕色的容量瓶中,加甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,作为初始液;精密量取 3 mL,置 25 mL 棕色瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,

[收稿日期] 2008-03-17

[通讯作者] * 王小龙, Tel: (0375)3178778; E-mail: pdshxl@sina.com

即得(每1 mL含丹参酮II_A 16.32 μg)。

2.3 供试品溶液的制备^[2] 取丸剂研细,精密称定2.5 g,置具塞锥形瓶中,加甲醇50 mL,精密称定,加热回流1 h,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 阴性供试品溶液的制备 除丹参以外,其余各药按处方比例依工艺制成阴性样品,再按供试品溶液的制备方法,制得缺丹参的阴性样品溶液。

2.5 线性关系考察 精密吸取初始液1,2,3,5,6 mL,分别置25 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取上述对照品溶液20 μL注入液相色谱仪,记录色谱图,以峰面积(Y)为纵坐标,丹参酮II_A进样量为横坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程为 $Y = 1.36 \times 10^5 X - 1.84 \times 10^3$,结果表明丹参酮II_A在(0.11~0.65) μg范围内线性良好。

2.6 精密度试验 取丹参酮II_A对照品,在上述色谱条件下,连续进样5次,测得丹参酮II_A峰面积的RSD=0.65%,表明精密度良好。

2.7 稳定性试验 精密吸取对照品溶液,在0,1,2,4,6,8 h,进样6次,进样量为20 μL,测得峰面积值,RSD=0.9%(n=6),结果表明丹参酮II_A在8 h内稳定。

2.8 重复性试验 取同一批样品,按“2.3”项下方法制备5份供试液,测定含量,RSD=1.3%,表明此法重复性良好。

2.9 干扰试验 分别吸取供试品溶液、对照品溶液和阴性样品溶液各20 μL,按上述色谱条件分别进行测定,丹参酮II_A与其它组分能达到基线分离,阴性对照液无干扰。对照品溶液、样品溶液与阴性样品溶液色谱图见图1。

2.10 加样回收率试验 精密称取已知丹参酮II_A含量同一批号的样品(20070518)5份,置具塞锥形瓶中;另取丹参酮II_A适量,精密称定,加甲醇制成浓度为0.623 4 mg·mL⁻¹的溶液,分别加入上述具塞锥形瓶中各1.0 mL,挥干甲醇;按供试品制备及含量测定的方法进行测定,计算回收率。结果见表1。

表1 加样回收试验结果

样品号	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.649 9	0.623 4	1.275 3	100.3		
2	0.653 0	0.623 4	1.273 3	99.5		
3	0.650 1	0.623 4	1.276 1	100.4	100.1	0.3
4	0.647 9	0.623 4	1.274 9	100.6		
5	0.650 0	0.623 4	1.271 7	99.7		

2.11 样品测定 取3个批号样品,按“2.3”项下方法制备,分别精密吸取供试品溶液与对照品溶液各20 μL,注入液相色谱仪,在上述色谱条件下测定丹参酮II_A含量,3批样品(批号:20070518,20080519,20070527)的含量分别为0.14 mg·g⁻¹、0.15 mg·g⁻¹、0.17 mg·g⁻¹。

3 讨论

丹参主要成分为酚酸类和二萜类。丹参素的保留时间很小,出峰早,与旁边的峰分离不好;原儿茶醛是水溶性成分,在此提取条件下含量太小,不宜作含量测定;丹参酮II_A的峰信号强度大,且分离效果好,故选取丹参酮II_A进行含量测定。

流动相的选择以甲醇-水(75:25)^[3]进行测定时,保留时间为50 min,时间过长,经过对不同比例流动相进行试验,结果表明:以甲醇-水(87:13)为流动相的色谱分离条件,可得到较好的分离,为最佳色谱条件。

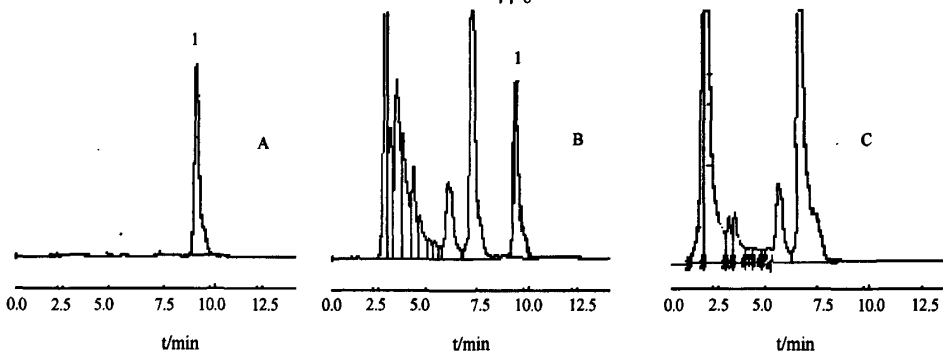


图1 调血脂降脂丸HPLC色谱图

A. 丹参酮II_A对照品; B. 供试品; C. 阴性样品; 1. 丹参酮II_A

·制剂工艺·

加味四逆颗粒水提取大孔树脂精制工艺的研究

李云涛¹, 王丽娜^{2*}

(1. 黑龙江中医药大学, 黑龙江 哈尔滨 150010; 2. 哈药集团世一堂制药厂, 黑龙江 哈尔滨 150088)

[摘要] 目的: 选择加味四逆颗粒最佳精制工艺条件。方法: 采用正交试验设计, 以芍药苷, 橙皮苷, 甘草酸 3 种成分为指标, 采用 HPLC 法对上述指标成分进行含量测定。结果: 选用 AB-8 型大孔树脂, 每克树脂的最大吸附量分别为芍药苷 47.1 mg、橙皮苷 11.5 mg、甘草酸 57.7 mg, 上样药液浓度为 0.5(生药)g·mL⁻¹, 树脂柱的径高比为 1:7, 吸附流速为 2(BV/h), 洗脱杂质用水量 4 倍吸附柱体积为最佳精制条件。结论: 大孔树脂吸附法可用于加味四逆颗粒的精制。

[关键词] 加味四逆颗粒; 大孔吸附树脂; 高效液相色谱法

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)01-0016-03

加味四逆颗粒由柴胡、白芍、枳实、甘草等药味组成, 具有疏肝解郁、调畅气机等功效。本文以芍药苷、橙皮苷、甘草酸 3 种成分为指标, 采用正交设计考察了加味四逆颗粒精制工艺的条件; 大孔吸附树脂是一类有机高聚物吸附剂, 具有较好的吸附性能, 近年来开始应用于中草药化学成分的提取分离, 本文中我们采用此法对加味四逆颗粒水提取所得浸膏进行进一步的精制, 对泄漏曲线、上样药液浓度、树脂柱的径高比、吸附流速、洗脱杂质用水量进行了工艺考察。

1 仪器与药品

Agilent 1100 高效液相色谱仪, G2170AA 色谱工作站(安捷伦科技有限公司); UV-2450 型紫外可见分光光度计(日本岛津); AS10200B 型超声波清洗仪(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); 色谱柱(奥泰公司 C₁₈ 250 mm × 4.6 mm, 5 μm); AB-8 型大孔吸附树

脂(天津)。橙皮苷对照品(72129405)、芍药苷对照品(76329407)、甘草酸铵对照品(73129403), 均由中国药品生物制品检定所提供。高效液相用乙腈、甲醇为色谱纯(美国天力); 其余试剂均为分析纯(天津市科密欧化学试剂有限公司); 水为蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 芍药苷

2.1.1 色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 乙腈-1% 冰醋酸溶液(20:80)为流动相; 检测波长为 230 nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 2 000。

2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取芍药苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含芍药苷 0.06 mg 的溶液, 即得。

2.1.3 供试品溶液的制备 取干膏适量, 研细, 精密称定, 置 50 mL 容量瓶中, 加稀乙醇 35 mL, 超声处理 30 min (功率 240 W, 频率 45 kHz), 放冷, 加稀乙醇至刻度, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 即得。

2.1.4 测定法 分别精密吸取上述对照品溶液与供试品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

2.2 甘草酸

京: 化学工业出版社, 2005. 52, 527.

[2] 张家明, 陈耀祖, 李伯刚, 等. 丹参化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2003, 22(2): 104-106.

[3] 王启砚. HPLC 法测定宁神补心片中丹参酮 II_A 的含量[J]. 中国药师, 2003, 6(12): 790.

[收稿日期] 2008-06-02

[基金项目] 哈尔滨市科技攻关计划项目(2006AA3BS140)

[通讯作者] * 王丽娜, Tel: (0451) 84667617; E-mail: liyuntao.66@163.com

供试品的制备方法曾选用超声处理, 结果测得的含量低于热回流法, 故本文采用热回流 1 h 的方法。

【参考文献】

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北

RP-HPLC测定调血降脂丸中丹参酮IIA的含量

作者: [王小龙](#), [叶晓娅](#), [WANG Xiao-long](#), [YE Xiao-ya](#)
作者单位: [河南省平顶山市食品药品检验所, 河南, 平顶山, 467000](#)
刊名: [中国实验方剂学杂志](#) ISTIC PKU
英文刊名: [CHINESE JOURNAL OF EXPERIMENTAL TRADITIONAL MEDICAL FORMULAE](#)
年, 卷(期): 2009, 15(1)
被引用次数: 1次

参考文献(3条)

1. [王启砚](#) [HPLC法测定宁神补心片中丹参酮IIA的含量](#)[期刊论文]-[中国药师](#) 2003(12)
2. [张家明](#); [陈耀祖](#); [李伯刚](#) [丹参化学成分研究](#) 2003(02)
3. [国家药典委员会](#) [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005

引证文献(2条)

1. [陈翠](#), [张秋红](#), [王曙东](#) [高效液相色谱法测定活肾丸中丹参酮IIA的含量](#)[期刊论文]-[医学研究生学报](#) 2011(10)
2. [范彬](#), [石晓峰](#), [沈薇](#), [黄钰芳](#), [马趣环](#), [张芳红](#) [安乳颗粒中丹参的乙醇提取试验研究](#)[期刊论文]-[中国药事](#) 2010(8)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgsyfjxzz200901007.aspx