

高效液相色谱法测定缩宫素注射液的含量

高岩,席时东

(浙江省宁波市药品检验所,浙江 宁波 315040)

摘要:目的 测定缩宫素的含量。方法 采用高效液相色谱梯度洗脱法,选用 Diamonsil C₁₈ 柱,以 15.6 g/mL 磷酸二氢钠溶液及乙腈-水(1:1)为流动相梯度洗脱,检测波长为 220 nm。结果 线性范围为 0.5~100 IU/mL,平均加样回收率为 96.9%。结论 高效液相色谱法所用方法准确、简便。

关键词: 高效液相色谱法;缩宫素;含量测定

中图分类号:R927.2;R984

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2007)08-0031-02

HPLC Method For Assaying of Oxitocin Injection

Gao Yan, Xi Shidong

(Ningbo Institute for Drug Control, Ningbo, Zhejiang, China 315040)

Abstract: Objective To establish a HPLC method for assaying of oxitocin. Methods The gradient elution was used with Diamonsil C₁₈ column and UV detection at 220 nm. The mobile phase was 15.6 g/mL sodium dihydrogen phosphate buffer and acetonitrile-water(1:1). Results The oxitocin curves were linear between 0.5 - 100 IU/mL ($r=1.0000$), and the recovery rate of the standards added was 96.9%. Conclusion The method is accurate, simple.

Key words: HPLC; oxitocin; content determination

目前临床应用的缩宫素是从动物脑垂体后叶中提取或化学合成的,含有微量的加压素^[1]。作为妇产科用药,它具有选择性兴奋子宫平滑肌的作用,主要用于催产、引产和产后止血等^[2]。在 2005 年版《中国药典》中,其含量测定仍采用生物测定法^[3]。由于动物试验的烦琐与不便,笔者参考美国及英国药典方法,采用高效液相色谱法(HPLC 法)对其含量进行测定,为缩宫素的质量控制提供了更为简便可靠的方法。

1 仪器与试剂

HP 1100 型高效液相色谱仪。合成缩宫素标准品(中国药品生物制品检定所,规格为 16.6 IU/支,批号为 0529-9601);缩宫素注射液(宁波大红鹰药业股份有限公司,规格为 10 IU/支,批号为 051001,060104,060601);缩宫素溶液(宁波人健药业有限公司,规格为 290 IU/mL,批号为 060329);加压素注射液(派德股份有限公司,规格为 20 IU/mL,批号为 LOTWE 701);乙腈(色谱纯),磷酸二氢钠、三氯叔丁醇(均为分析纯)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

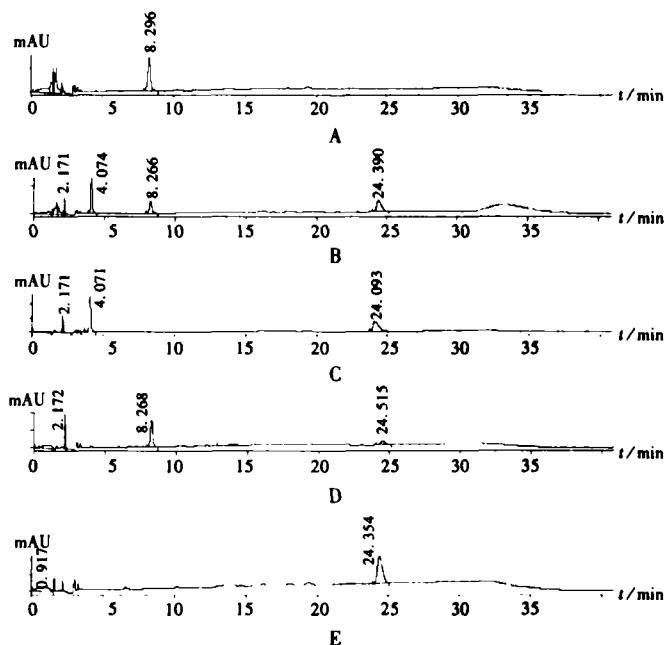
色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相 A: 15.6 g/mL 磷酸二氢钠溶液;流动相 B: 乙腈-水(1:1);检测波长: 220 nm;柱温: 35℃;流速: 1.2 mL/min;进样量: 30 μL。流动相梯度洗脱表见表 1。在上述条件下,色谱图见图 1。可见缩宫素峰与其相邻杂质峰的分度度 > 1.5,缩宫素峰与加压素峰的分度度 > 5.0。

2.2 线性关系考察

取缩宫素溶液,用流动相 A 精密稀释至浓度分别为 0.5, 1.0, 2.9, 10, 20, 50, 70, 100 IU/mL 的溶液,分别进样。以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得回归方程 $Y=40.3708X-2.9542$, $r=1.0000$ 。结果表明,在 0.5~100 IU/mL 范围内,浓度与峰面积线性关系良好。

2.3 精密度试验

取合成缩宫素标准品溶液重复进样 5 次,测定峰面积。结果的 RSD = 0.67% ($n=5$)。



A. 合成缩宫素标准品 B. 加压素与合成缩宫素混合液
C. 加压素 D. 缩宫素注射液 E. 三氯叔丁醇

图 1 高效液相色谱图

2.4 加样回收试验

取已知含量的样品,分别精密加入合成缩宫素标准品溶液,共计 5 份,按样品测定方法测定,计算回收率,结果见表 2。

表 2 缩宫素加样回收试验结果

样品含量(IU/mL)	加入量(IU/mL)	加样后浓度(IU/mL)	测得值(IU/mL)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD(%)
2.2175	5.1875	7.4050	7.2038	96.12		
2.9567	3.4584	6.4151	6.3304	97.55		
3.5480	2.0750	5.6230	5.5388	95.94	96.9	0.9
1.4784	3.4584	4.9368	4.8506	97.50		
1.7741	2.0750	3.8491	3.7992	97.59		

2.5 样品测定

取本品原液进样,记录色谱图;另取合成缩宫素标准品 1 支,加流动相 A 1.6 mL 使溶解,同法测定,按峰面积外标法计算。结果批号为 060104,060601,051001 的缩宫素注射液中缩宫素含量分

不同等级及不同部位的丹参原药材中丹参酮Ⅱ_A含量考察

刘 蕾¹, 李静怡²

(1. 上海雷允上中药饮片厂, 上海 200434; 2. 上海爱的发制药有限公司, 上海 200051)

摘要:目的 对不同等级及不同部位的丹参原药材中丹参酮Ⅱ_A含量进行考察。方法 制备不同等级及不同部位的丹参原药材样品, 采用高效液相色谱法(HPLC法)测定含量。结果 直径越细的丹参中丹参酮Ⅱ_A含量越高, 丹参原药材皮部中的丹参酮Ⅱ_A的含量远远高于木部, 丹参须中丹参酮Ⅱ_A含量也很高。结论 传统丹参原药材的等级标准和丹参酮Ⅱ_A含量没有相关性, 加工原药材时应注意对皮部成分的保护, 有必要重新考虑丹参须的药用价值。

关键词:丹参; 等级; 部位; 丹参酮Ⅱ_A; 含量; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1; R282.71

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2007)08-0032-02

Research on Assay of Tanshinone II_A in Different Grades and Different Parts of *Radix Salviae miltiorrhizae*

Liu Lei¹, Li Jingyi²

(1. Shanghai Leiyunshang Chinese Herb Tablets Factory, Shanghai, China 200434; 2. Shanghai Ethypharm Pharmaceutical Co., Ltd, Shanghai, China 200051)

Abstract: Objective To do research on the assay of tanshinone II_A in different grades and different parts of *Radix Salviae miltiorrhizae*.

Methods The samples of different grades and different parts of *Radix Salviae miltiorrhizae* were prepared and the assay was performed by HPLC.

Result The smaller the diameter was the higher the content of tanshinone II_A was in *Radix Salviae miltiorrhizae*. The content of tanshinone II_A was much higher in the cortex than in the lignum and was very high in the fiber root.

Conclusion Traditional grading of *Radix Salviae miltiorrhizae* dose not relate to the content of tanshinone II_A. Attention should be paid to the protection of cortex in the process. It is necessary to take into account the medicinal value of the fiber root again.

Key words: *Radix Salviae miltiorrhizae*; grade; part; tanshinone II_A; content; HPLC

丹参是唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根及根茎, 加工成饮片时要求筛去须根。丹参能祛瘀止痛、活血通经、清心除烦, 用于治疗月经不调、胸腹刺痛、疮疡肿痛、心烦不眠、心绞痛等病症, 其临床用量很大。目前丹参的等级(主要依照直径的粗细)分为一等(直径 > 1.0 cm 以上)、二等(直径 1.0 ~ 0.4 cm)、统货(直径 < 0.4 cm)^[1], 且这种划分标准已经成为产地收购、市场交易及出口的通行准则。丹参酮类化合物是丹参的主要有效成分, 属邻菲醌类衍生物, 具有一定的专属性和特征性, 2005 年版《中国药典》中规定以丹参酮Ⅱ_A 为指标对丹参进行薄层色谱定性分析和高效液相色谱定量分析^[2]。本试验以丹参酮Ⅱ_A 为指标, 对不同等级及不同部位的丹参原药材中的丹参酮Ⅱ_A 含量进行考察, 报道如下。

1 仪器与试剂

日本 JASCO 高效液相色谱仪(PU-1580 智能型双柱泵、UV-1575 紫外检测器、随机配套工作站); Sartorius 十万分之一电子天平; HL-01 型溶剂过滤器(真空泵及溶剂过滤器); HS-3120 型超声波清洗器。甲醇(色谱级), 蒸馏水, 氯仿(分析纯); 丹参酮Ⅱ_A 对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 0766-200011, 供含量测定用); 丹参原药材样品(由本厂采购, 经鉴定为 *Salvia miltiorrhiza* Bge., 不同等级及不同

表1 丹参药材样品表

编号	不同等级	编号	不同部位
a1	一等	b1	皮部
a2	二等	b2	木部
a3	统货	b3	须根

部位样品共6批, 编号见表1, 样品经粉碎机打粉, 过40目筛。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: HiQ C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm, 日本进口); 流动相:

别为标示量的 97.2%, 88.7%, 88.5%。

3 讨论

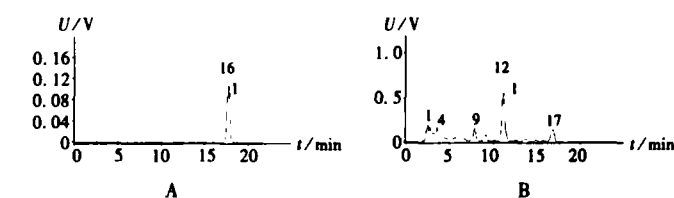
本方法以 HPLC 法取代《中国药典》的生物测定法测定缩宫素的含量。HPLC 法简便、准确、灵敏, 更有利于药品质量的控制, 适合

常规分析。

参考文献:

• 32 •

甲醇-水(80:20); 柱温为 30℃; 检测波长: 270 nm; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 20 μL。理论塔板数按丹参酮Ⅱ_A 计不低于 2 000。在此条件下, 色谱图见图1。



1. 丹参酮Ⅱ_A
A. 对照品溶液 B. 供试品溶液
图1 高效液相色谱图

2.2 溶液制备

精密称取丹参酮Ⅱ_A 对照品 4.20 mg, 用氯仿-甲醇(1:8)溶解并定容于 50 mL 棕色量瓶中, 即得质量浓度为 84.0 μg/mL 的对照品溶液。取样品粉末(过40目筛) 2 g, 精密称定, 置 25 mL 具塞锥形瓶中, 精密加入氯仿-甲醇(8:1) 10 mL, 称重, 超声处理 30 min, 取出, 冷却至室温, 补足质量, 过滤, 取续滤液 1 mL, 置至 5 mL 棕色量瓶中, 用氯仿-甲醇(8:1) 稀释至刻度, 密塞, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm) 滤过。即得供试品溶液。

2.3 方法学观察

线性关系考察: 精密吸取对照品溶液 0.4, 0.8, 1.6, 2.0, 3.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀, 按 2.1 项色谱条件进行分析, 进样量为 20 μL, 以峰面积(Y)对进样量(X)进行回归, 得丹参酮Ⅱ_A 的线性回归方程为 $Y = 139\,542.89 + 10\,482\,250.74 X$, $r =$

[1] 杨宝峰. 药理学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2003: 346-347.

[2] 吴国忠. 常用中西药物临床特点及用药护理[M]. 上海: 上海世界图书出版公司, 2004: 301-302.

[3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 附录 VIB, 83.

(收稿日期: 2006-08-14; 修回日期: 2006-10-26)