

HPLC法测定肾康颗粒中丹参酮II_A的含量

何跃进*

(安庆石化医院 药剂科,安徽 安庆 246001)

肾康颗粒处方来源于临床经验方。以丹参为君药,与茜草、独活、地榆、大黄、槐花等药味组成,主治慢性肾炎。丹参酮II_A为丹参有效成分之一,故本实验选择了丹参酮II_A测定其含量。

1 仪器与试药

HP1100型高效液相色谱仪(四元泵, DAD检测器, HP化学工作站), TQ328B型电光分析天平(上海天平仪器厂)。

丹参酮II_A对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0766-9606), 肾康颗粒由安庆石化医院提供; 所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: ODS C₁₈填充柱; 流动相: 甲醇-水(75: 25); 检测波长: 270 nm; 流速: 1 mL/min; 进样体积: 5 μL。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取丹参酮II_A对照品 1.02 mg, 置 25 mL棕色量瓶中, 加氯仿溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。避光保存。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品, 碾细(过 4号筛), 精密称取 5.0 g, 置 100 mL锥形瓶中, 精密加氯仿 50 mL, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 加氯仿补足减失的质量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 25 mL, 蒸干, 残渣加氯仿分次溶解, 转移至 5 mL量瓶中, 定容, 摇匀, 即得。

2.4 标准曲线及线性范围: 分别精密取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μL注入液相色谱仪, 按上述条件测定峰面积。以峰面积为纵坐标, 丹参酮II_A进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 并计算得回归方程: $Y = 2886338.2X + 24464.8$, $r = 0.999$ 。结果表明, 丹参酮II_A在 0.041~0.204 μg与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 用微量进样器准确吸取对照品溶液 5 μL, 连续进样 5次, 测定丹参酮II_A峰面积, 其 RSD为 1.3% ($n = 5$)。

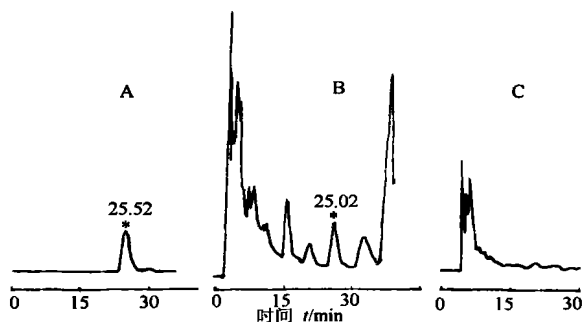
2.6 重现性试验: 对同一批肾康颗粒进行了 6次平行取样测定。结果丹参酮II_A含量的 RSD为 1.73% ($n = 6$)。

2.7 稳定性试验: 对供试品溶液分别在 0, 40, 80,

120, 160, 200 min进样测定, 结果丹参酮II_A峰面积基本不变, RSD= 1.47%。

2.8 回收率试验: 采用加样回收测定方法。精密称取已知含量(62.42 μg/g)的本品 5份, 分别添加一定量的丹参酮II_A对照品, 按供试品溶液制备方法, 制备加样回收供试液, 并依法测定, 计算回收率。结果丹参酮II_A平均回收率为 99.84%, RSD= 1.21% ($n = 5$)。

2.9 含量测定: 分别精密量取供试品溶液和对照品溶液各 5 μL, 按色谱条件注入液相色谱仪, 以外标法计算丹参酮II_A。结果 3批肾康颗粒中丹参酮II_A的含量分别为 64.17, 62.68, 62.33 μg/g ($n = 3$)。色谱图见图 1。



* 丹参酮II_A

* -tanshinone II_A

图 1 丹参酮II_A对照品(A)、肾康颗粒(B)和阴性对照(C)的 HPLC图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of tanshinone II_A (A), Shenkang granula (B) and negative sample (C)

3 讨论

丹参酮II_A易溶于氯仿和甲醇, 药典中采用甲醇热提法^[1], 文献报道^[2]采用氯仿超声提取法, 预试验结果显示两种方法差别不大, 为避免辅料的影响, 故本实验选定用氯仿超声提取法进行。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol II.
- [2] Qiu F J. Comparison of content of tanshinone II_A in Compound Danshen Tablet from Danshen and Nandanshen [J]. Chin J Med Appl Pharm (中国现代应用药学), 1998, 15(5): 16.