

HPLC法测定消核片中丹参素的含量

四川光大制药有限公司(彭州市 611930) 陈延清*

消核片收载于卫生部药品标准第 16册,是我公司的中药保护品种,由丹参、浙贝母、夏枯草、昆布等中药组成,临床用于治疗女性乳腺小叶增生和乳痛症。为控制产品质量,我们建立了 HPLC法测定本品中丹参药材的主要活性成分丹参素的含量。所建立的方法快速、准确、简便、重现性好,结果满意。

1 仪器和试剂

Alltech 426 HPLC Pump, Alltech UV IS 200 Detector, Chromtek 色谱工作站;

Turner Kromasil C₁₈ 5 μ m 150 mm $\times$ 4.6 mm, SSB2200超声震荡仪。

丹参素钠对照品由上海医科大学天然药物化学教研室提供,乙腈为色谱纯,其余试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Turner Kromasil C₁₈ 5 μ m 150 mm $\times$ 4.6 mm,流动相乙腈-水-36%醋酸(5:160:1),流速: 1 mL/min,检测波长 280 nm,柱温: 室温。

2.2 线性关系考察: 称取丹参素钠适量,加 50% 甲醇制成 0.712 μ g/mL 的溶液,进样不同量,测定积分值,计算得回归方程 $Y=360.733.1X+385.5.6$, $r=0.9997$,线性范围 0.217~1.86 μ g,几乎通过原点,故采用一点法测定。

2.3 精密度考察: 分别进样同一对照品测定,结果 $RSD=1.2\%$ ($<1.5\%$),符合要求。

2.4 提取条件选择

2.4.1 提取方法的选择: 常用的提取方法有: 超声法和热回流法,将二者比较见表 1。从表可知,超声法较好。

表 1 不同提取方法比较表

方法	超声法	热回流法
取样量 (g)	1.745 1	1.739 9
溶剂	甲醇	甲醇
提取时间 (h)	1	1
测得值 (mg/g)	1.84	0.56

2.4.2 溶剂的选择: 筛选不同的溶剂,结果见表 2。

表 2 不同溶剂的提取效果

编号	1	2	3	4
称样量 (g)	0.424 9	0.420 4	0.409 8	0.425 5
溶剂	甲醇	50% 甲醇	95% 乙醇	50% 乙醇
超声时间 (min)	30	30	30	30
测得值 (mg/g)	1.57	2.128		2.068
备注			不成峰形	分离不够好

从以上结果可知,采用 50% 甲醇作溶剂较好。

2.4.3 超声时间选择: 不同时间的超声效果见表 3。

表 3 不同时间超声效果比较

编号	1	2	3	4	5	6	7
称样量 (g)	0.405	0.419	0.412	0.410	0.418	0.414	0.402
超声 (min)	10	20	30	40	50	60	70
测得 (mg/g)	2.96	2.53	2.95	2.94	2.35	2.67	2.24

从上表可知,1,3,4号的值比较接近,选择超声 40 min 时间为宜。

2.5 测定波长的选择: 查文献^[1],丹参素在 280 nm 处有最大吸收,故选用该波长作为测定波长。

2.6 流动相的选择: 文献报道^[1~3]有多种方法,经过比较以乙腈-水-36% 醋酸(5:160:1)较好,用在该品中有较好的分离。

2.7 重复性测定: 对同一批样品,分别测定 5 次,结果平均 2.501 毫克/片, $RSD=5.5\%$,符合要求。

2.8 回收率测定: 加入丹参素钠对照品,重复测定 5 次,结果平均回收率为 97.3% ($n=5$)。

2.8 样品测定: 对照品溶液的制备: 取丹参素钠对照品适量,加 50% 甲醇制成 0.04 mg/mL 的溶液。

供试品溶液的制备: 取本品 20 片,精密称定重量,研细,精密称取细粉 0.35 g,置 50 mL 量瓶中,加 50% 甲醇 25 mL,超声处理 40 min,取出放冷,加水至刻度,摇匀,离心 (10 000 r/min) 15 min,取出,取上清液作为供试品溶液。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,测定,计算,即得。测定样品 3 批,结果(毫克/片) 990701 批为 2.41, 990702 批为 2.35, 990703 批为 2.47。本品以丹参素

* 陈延清 男,1984年毕业于华西医科大学药学院药学专业,医学学士,高级工程师,注册执业药师。主要从事中药制剂,中药的质量标准研究和新药开发。主研的无糖型抗病毒冲剂获成都市科技进步一等奖,因工程技术方面的贡献获成都市人民政府特殊津贴。主研的抗病毒糖浆获国家药监局的新药证书。主研的新药抗病毒片、三黄胶囊正申请生产批文。研究应用大孔吸附树脂解决小儿肺热咳嗽颗粒的吸湿性,获得成功。

钠 ($C_6H_5O_5Na$) 计算 , 不得少于每片 1. 0 mg

参 考 文 献

1 袁俊贤 , 等 . 中成药 , 1996, 18(1): 15

2 朱宝珠 , 等 . 中草药 , 1997, 28(6): 345

3 李元智 , 等 . 华西药理学杂志 , 1996, 11(4): 28

(1999-08-23收稿)

薄层 紫外法测定药物卫生巾中小檫碱的含量

鸡西市药品检验所 (158100) 张永年 赵慧敏

药物卫生巾为妇科用药 , 具有消炎 止痒 燥湿 驱风作用 , 用于治疗妇科外阴瘙痒及阴道炎所致白带等症 本品由黄柏 苦参 白鲜皮 龙胆 荆芥 艾叶 防风等 10味中药组成 , 经提取后 , 均匀喷布于卫生巾表面而成 为控制其内在质量 , 对其有效成分之一的小檫碱进行含量测定 我们选用薄层 紫外法进行测定^[1] , 收到较满意的效果

1 仪器与药品

1. 1 仪器: UV-265型分光光度计 (日本岛津) .

1. 2 药品: 药物卫生巾由鸡西市卫生敷料厂提供 ; 盐酸小檫碱对照品 (含量测定用) 购自中国药品生物制品检定所 ; 硅胶 G 由青岛海洋化工厂生产 , 试剂均为分析纯

2 薄层条件

参照文献^[2]采用硅胶 G 板 , 展开剂为苯 乙酸乙酯 甲醇 异丙醇 浓氨水 (6∶ 3∶ 1. 5∶ 1. 5∶ 0. 5) , 层析缸用氨水饱和 , 在 365 nm 紫外灯下显色 .

3 盐酸小檫碱的含量测定

3. 1 对照品溶液制备: 精称盐酸小檫碱对照品 5 mg , 置于 5 mL 容量瓶中 , 加甲醇至刻度备用

3. 2 测定波长选择: 取上述对照品溶液 , 用甲醇配成 1 μ g / mL 及 4 μ g / mL 的溶液 , 用分光光度法在 200~ 500 nm 扫描 , 结果与文献^[3]基本一致 , 在 (348 $\pm$ 1) nm 有最大吸收 , 选用为测定波长

3. 3 标准曲线的绘制: 精密吸取对照品溶液 , 测定吸光度 , 回归方程为: $C= 12. 095A- 0. 0228$ ($r= 0. 9990$) 线性范围: 2~ 10 μ g / mL

3. 4 精密度试验: 在同一薄层板上 , 点盐酸小檫碱

对照品溶液 5 个斑点 , 各 10 μ L , 展开 , 按样品测定方法测定 A 值 , 结果 RSD 为 2. 1% , 精密度比较满意

3. 5 样品的含量测定: 取样品 10 g , 精密称定 , 剪碎置于具塞三角烧瓶中 , 加甲醇 100 mL , 密塞超声提取 20 min , 滤过 , 再用少量甲醇洗涤 2 次 , 合并提取液置水浴蒸干 , 残渣精密加入甲醇 1 mL , 作为供试品溶液 精密吸取对照品溶液 10 μ L , 供试品溶液 20 μ L , 点于同一硅胶 G 板上 , 依法展开 , 在紫外灯下定位 , 刮取斑点置于试管中 , 各精密加入 1% 盐酸甲醇溶液 5 mL , 离心取上清液 , 并随行空白 , 测定 , 结果见表 1

表 1 2 批药物卫生巾中盐酸小檫碱含量

批号	含量 (mg / g)			平均含量 (mg / g)	RSD%
990130	0. 067	0. 070	0. 064	0. 067	4. 47
990310	0. 074	0. 071	0. 078	0. 074	4. 78

3. 6 加样回收试验: 取同批已知含量的样品 , 精密加入盐酸小檫碱对照品 , 依法测定 , 结果回收率为 96. 50% , RSD= 1. 73 ($n= 6$)

4 讨论

当盐酸小檫碱的浓度很低时 , 在 348 nm 处的吸收峰较为稳定 , 有利于含量较低的样品的测定

参 考 文 献

1 徐礼桑 , 等 . 中草药有效成分分析法 . 下册 . 北京: 人民卫生出版社 , 1984 282

2 中华人民共和国药典 . 一部 . 1995 274

3 吴 泳 , 等 . 中成药 , 1998, 20(7): 39

(1999-09-08收稿)

网 络 信 息

《中草药》杂志于 1999年 1月已经入网 Chinainfo 科技期刊 , 采用 Internet 通用的超文本描述语言方式 , 实现期刊全文内容同步上网 [网址: <http://www.chinainfo.gov.cn/periodical> , 邮政信箱 E-mail zcy@tisti.ac.cn.] 与此同时 , 《中草药》杂志又加入“中国医药信息网” [网址: <http://www.cpi.ac.cn> 或 <http://www.cpi.gov.cn>] 和“ChinaMTP” [IP 地址: 202. 99. 168. 82] 欢迎使用 .