

2.2 标准曲线的绘制:精密称取干燥至恒重的无水葡萄糖 60 mg,置 100 mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL,分别置 50 mL 量瓶中,各加水至刻度,摇匀。分别精密量取上述溶液各 2.0 mL,置具塞试管中,各加 4% 苯酚溶液 1 mL,混匀,迅速加入硫酸 7.0 mL,摇匀,置 40 °C 水浴中保温 30 min,取出,置冰水浴中放置 5 min,取出,以同样处理的蒸馏水作空白,于分光光度计上在最大吸收波长 490 nm 处测定吸光度。以吸光度为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。葡萄糖在 0.006~0.030 μg/mL 与吸光度线性关系良好,回归方程为 $Y=9.87 X+0.03$, $r=0.995$ 。

2.3 精密度试验:取 12 μg/mL 葡萄糖对照品溶液,按标准曲线的绘制项下的方法进行测定,测定 5 次,结果吸光度 RSD 为 1.48%。

2.4 稳定性试验:取本品供试品溶液,分别于 20、30、40、60 min 测定吸光度,结果总多糖的测定在 60 min 内基本稳定,吸光度的 RSD 为 2.08%。

2.5 重现性试验:取同一批号的本品适量,共取 5 份,精密称定,制备供试品溶液,测定多糖的质量分

数,均值为 106.06 mg/粒,RSD 为 2.03%。

2.6 样品测定:对 10 批样品测定,结果见表 1。

表 1 固元胶囊中多糖测定结果 (n=2)

Table 1 Determination of polysaccharide in Guyuan Capsule (n=2)

批 次	多糖/(mg·粒 ⁻¹)	批 次	多糖/(mg·粒 ⁻¹)
20030410	105.5	20030622	127.2
20030411	109.6	20030623	123.5
20030412	111.3	20040108	137.3
20030413	107.8	20040109	140.6
20030621	124.6	20040110	144.8

3 讨论

由于本制剂处方中黄芪、人参芦头均含有多糖类成分,故本实验采用苯酚-硫酸法测定其总多糖。

在供试品溶液的制备过程中,首先以回流试验法提取,但由于本品中人参芦头为原粉入药,故其中所含的淀粉类成分在回流时可提取出来,在多糖的测定中使测定结果偏高;为了尽量减少皂苷及淀粉等其他杂质的干扰,供试品的处理方法选择在 50 °C 以下超声提取,如此则淀粉类成分不会提取出来。

滴加硫酸时,由于放热反应剧烈,置冷水中比空气中冷却效果好,测定的结果稳定,重现性好。

HPLC 法测定心可舒胶囊中丹酚酸 B

陈娇婷^{1,2}, 王跃生¹, 杨范莉¹, 詹怡飞¹

(1. 江西本草天工科技有限责任公司,江西 南昌 330006; 2. 广东康美药业有限公司,广东 普宁 515300)

心可舒胶囊由山楂、丹参、葛根、三七、木香 5 味中药组成,收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 15 册,有活血化瘀、行气止痛,主要用于气滞血瘀型冠心病引起的胸闷、心绞痛、高血压、头晕、头痛、颈项疼痛及心律失常、高血脂等症。方中丹参具有活血祛瘀、舒心降压、扩张冠脉、降低胆固醇的作用,为方中主药。丹参水溶性酚酸类包括丹酚酸 A、丹酚酸 B、丹酚酸 C、迷迭香酸、丹参素、原儿茶醛等,其中丹酚酸 B 是质量分数最高的活性成分,因此本实验用 HPLC 法对丹参中所含丹酚酸 B 进行测定,以提高其标准,用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试药

Agilent 1100 型高效液相色谱仪,AL104 分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。

心可舒胶囊(山西德元堂药业有限公司提供,0.3 g/粒)、丹酚酸 B 由中国药品生物制品检定所提供(批号 11562-200403),乙腈(色谱纯)、甲醇(色谱纯)、重蒸馏水、其他试剂都为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:精密称取本品内容物细粉约 0.3 g,置具塞锥形瓶中,精密加入 75% 甲醇 50 mL,密塞,称定质量,超声提取 30 min,放冷,称定质量,用 75% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取丹酚酸 B 对照品

适量,加 75% 甲醇制成 0.278 mg/mL 溶液,即得。

2.3 阴性对照液的制备:取缺丹参的处方药,按供试品溶液的制备方法制备阴性对照液。

2.4 色谱条件:Hypersil -ODS2 色谱柱(250 mm×

4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59);检测波长:286 nm;柱温:20 ℃;体积流量:1.0 mL/min。色谱图见图 1。

2.5 线性关系考察:取丹酚酸 B 对照品溶液分别

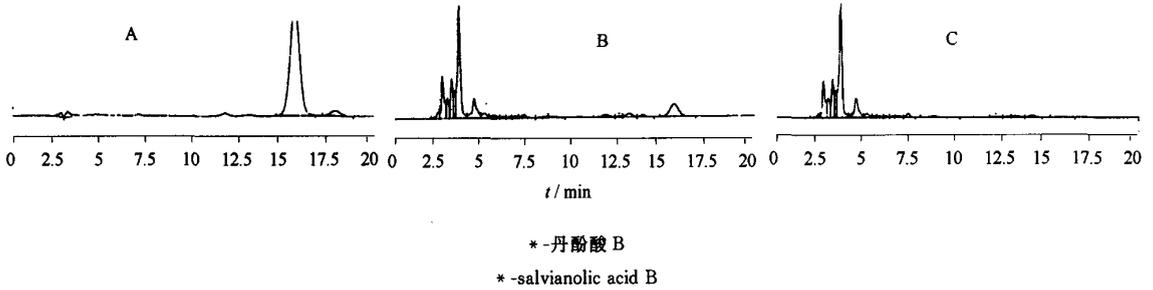


图 1 丹酚酸 B 对照品(A)、心可舒胶囊(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of salvianolic acid B reference substance (A), Xinkeshu Capsule (B), and negative sample (C)

进样 1、2、5、7、10 μL,注入液相色谱仪,测定峰面积积分值。以峰面积积分值为纵坐标,进样质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程:Y=1 346.8 X-4.532 6 (R²=0.999 9),结果表明丹酚酸 B 在 0.278~2.78 μg 与峰面积线性关系良好。

2.6 精密度试验:取供试品溶液,连续进样 6 次,结果丹酚酸 B 峰面积的 RSD 为 0.57%。

2.7 稳定性试验:取同一供试品溶液,按上述色谱条件,分别在 0、1、2、4、8、12 h 测定,丹酚酸 B 峰面积积分值,结果表明供试品溶液在 12 h 内稳定, RSD 为 1.46%。

2.8 重现性试验:取同一批样品,平行取样 5 份,制备供试品溶液,测定,计算丹酚酸 B 的质量分数,结果 RSD 为 1.08%。

2.9 加样回收率试验:取样品约 0.15 g,各 6 份,含丹酚酸 B 约 2.0 mg,精密称定,置具塞锥形瓶中,各加入丹酚酸 B 对照品 1.85、2.01、2.23 mg,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果平均回收率为 102.49%,RSD 为 1.15%。

2.10 样品测定:取样品 10 批,制备供试品溶液,测定其中丹酚酸 B 的质量分数,结果见表 1。

表 1 心可舒胶囊中丹酚酸 B 的测定结果

Table 1 Determination of salvianolic acid B in Xinkeshu Capsule

批号	丹酚酸 B/(mg·粒 ⁻¹)	批号	丹酚酸 B/(mg·粒 ⁻¹)
1	4.09	6	3.97
2	4.08	7	4.05
3	4.01	8	4.10
4	3.93	9	4.02
5	3.99	10	3.98

3 讨论

3.1 曾采用水、甲醇、75% 甲醇为提取溶媒,制备供试品溶液,测定心可舒胶囊中丹酚酸 B 的质量分数,结果以本实验提取溶媒 75% 甲醇为佳。

3.2 丹酚酸 B 是药理作用明确而且在丹参药材中的量较高的成分,《中国药典》2005 年版规定丹参药材中丹酚酸 B 不低于 3%,因此以丹酚酸 B 为指标可有效地控制制剂质量。由于丹酚酸 B 受热时不稳定,因此在样品制备方法上选择甲醇超声提取。且为保证提取完全,确立超声处理时间为 30 min。

3.3 在原标准基础上增加了丹酚酸 B 定量测定,且本实验测定方法经各项试验考察,表明方法简便易行,结果准确,重现性好,可有效地控制该制剂的质量。

敬告读者

《中草药》杂志编辑部尚存部分过刊合订本,包括:1974-1975 年、1976 年、1979 年、1985-1994 年(80 元/年)、1995-1997 年(110 元/年)、1998 年(120 元/年)、1999 年(135 元/年)、2000 年(180 元/年)、2001-2003 年(200 元/年)、2004 年(220 元/年)。1996 年增刊(50 元)、1997 年增刊(45 元)、1998 年增刊(55 元)、1999 年增刊(70 元)、2000 年增刊(70 元)、2001 年增刊(70 元)、2002 年增刊(65 元)、2003 年增刊(65 元)、2004 年增刊(65 元)、2005 年增刊(65 元)。欢迎订购。订阅者请直接与《中草药》杂志编辑部联系。

电话:(022) 27474913 23006821 传真:(022) 23006821 E-mail:zcyzzbjb@tjipr.com