

HPLC 法测定乳痛丸中丹参酮Ⅱ_A宋晓坤^{1,2}, 杜春双², 姜建石¹

(1. 天津医科大学, 天津 300070; 2. 天津医科大学附属肿瘤医院 药剂科, 天津 300060)

摘要:目的 建立乳痛丸中丹参酮Ⅱ_A的HPLC测定方法。方法 采用HPLC法, Kromasil ODS C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(85:15); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 270 nm; 进样量: 20 μL; 柱温: 室温。结果 丹参酮Ⅱ_A的线性范围为0.506 4~5.064 μg/mL, 平均加样回收率为99.23%, RSD为1.3%(n=9)。结论 本方法简便快捷, 结果准确, 可用于控制乳痛丸的质量。

关键词: 乳痛丸; 丹参酮Ⅱ_A; 高效液相色谱

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2007)07-1011-02

Determination of tanshinone II_A in Rutong Pills by HPLCSONG Xiao-kun^{1,2}, DU Chun-shuang², LOU Jian-shi¹

(1. Tianjin Medical University, Tianjin 300070, China; 2. Department of Pharmacy, Cancer Hospital, Tianjin Medical University, Tianjin 300060, China)

Key words: Rutong Pills; tanshinone II_A; HPLC

乳痛丸是我院自制中药复方制剂, 由丹参、当归、王不留行等药味组方而成, 临床主要用于乳腺增生等症。为了对该产品进行质量控制, 本实验采用HPLC法测定其中主要成分丹参酮Ⅱ_A, 建立了一套完整的分析方法。

1 仪器与试剂

岛津L20AB高效液相色谱仪, SPD-20A紫外检测器, KQ-100超声清洗仪(昆山仪器厂)。

丹参酮Ⅱ_A对照品(批号110766-200417)由中国药品生物制品检定所提供, 乳痛丸为本院制剂, 甲醇为色谱纯, 重蒸水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验^[1]: 色谱柱: Kromasil ODS C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(85:15); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 270 nm; 进样量: 20 μL; 柱温: 室温。

2.2 对照品溶液的制备: 取丹参酮Ⅱ_A对照品约12.5 mg, 精密称定, 置50 mL棕色量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度。精密吸取5 mL, 置50 mL棕色量瓶中, 加甲醇至刻度, 作为对照品贮备液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品3丸, 混匀, 精密称定1 g, 置量瓶中, 精密加入提取液乙醇-甲醇(20:80)25 mL, 称定质量, 超声震荡30 min, 放冷至室

温, 补足减失的质量。精密吸取上清液4 mL置10 mL量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 用0.22 μm微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。依据处方比例及生产工艺, 制备不含丹参的阴性样品, 同法制备阴性样品溶液。

2.4 专属性试验: 在上述色谱条件下进样测定, 结果丹参酮Ⅱ_A对照品溶液、供试品相应峰与阴性样品峰无重叠, 且丹参酮Ⅱ_A峰与其他峰分离较好, 分离度均大于2, 理论塔板数大于9 000。见图1。

2.5 线性关系考察: 取丹参酮Ⅱ_A对照品贮备液0.2、0.5、0.8、1、1.5、2 mL, 置10 mL量瓶中, 用甲醇稀释并加至刻度, 制成系列溶液, 用0.22 μm微孔滤膜滤过, 依次进样, 测定峰面积。以质量浓度对峰面积进行线性回归计算, 得回归方程 $Y = 7.8313 \times 10^{-6} X - 0.05764$, $r = 0.9999$, 线性范围0.506~5.064 μg/mL。

2.6 精密度试验: 取3.79 μg/mL丹参酮Ⅱ_A对照品溶液, 重复进样6次, 测定峰面积, 计算得其RSD为0.27%。

2.7 重现性试验: 取同一批号(批号060804)样品6份, 制备供试品溶液, 依法测定, 计算得乳痛丸中丹参酮Ⅱ_A的平均质量分数为0.121 mg/g, 其RSD为2.2%。

2.8 稳定性试验: 取同一供试品溶液于0、1、2、4、

收稿日期: 2006-11-02

作者简介: 宋晓坤(1968—), 女, 副主任药师, 天津医科大学硕士生, 主要从事医院药学和药品质量控制。

Tel: (022)23340123-6542 E-mail: xiaokun18@hotmail.com

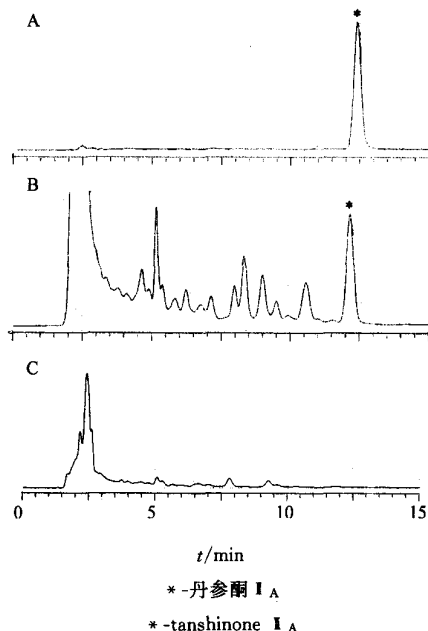


图 1 丹参酮Ⅱ_A对照品(A)、乳痛丸(B)和阴性对照(C)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of tanshinone I_A reference substance (A), Rutong Pills (B), and negative sample (C)

6、8 h 进样,测定丹参酮Ⅱ_A的峰面积,计算得其 RSD 为 1.9%。

2.9 回收率试验:取样品适量,9 份,每组 3 份,分别精密加入丹参酮Ⅱ_A对照品 50.64、102.4、153.6 μg,制备供试品溶液,进样,测定,计算得平均回收率为 99.23%,RSD 为 1.3%。

2.10 样品测定:取 5 批样品,制备供试品溶液,进

样,测定峰面积,带入标准曲线方程计算丹参酮Ⅱ_A的质量分数,结果见表 1。

表 1 乳痛丸中丹参酮Ⅱ_A的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of tanshinone I_A in Rutong Pills (n=3)

批 号	丹参酮Ⅱ _A /(mg·丸 ⁻¹)
61019	1.99
61020	2.00
61025	1.90
61026	1.94
61027	2.06

3 讨论

实验对乳痛丸溶液进行紫外光谱全波长扫描,确定丹参酮Ⅱ_A的检测波长为 270 nm。结果表明选用该波长进行测定,其他组份和辅料无干扰。

文献报道^[2]采用甲醇-水(90:10)作流动相测定丹参酮Ⅱ_A。本实验经比较,调整比例为甲醇-水(85:15)效果更佳,峰形对称,与其他组分的分离度大于 2。

实验采用超声提取,分别考察了超声 15、20、30 min,发现超声处理 30 min 时提取完全。

用甲醇提取样品时,发现杂质峰较多,对测定有干扰。由于丹参酮Ⅱ_A为脂溶性成分,改为提取液乙醇-甲醇(20:80)时,既能提取完全,又能使杂质峰得到较好的分离。

References:

- [1] Ch P (中国药典)[S]. Vol I. 2005.
- [2] Yang Z L, Cao M. Extraction method research of tanshinone I_A in Radix Salviae Miltorrhizae [J]. J Guiyang Coll Tradit Chin Med (贵阳中医学院学报), 2005, 27(1): 60-61.

高效毛细管区带电泳法测定三黄片中黄芩苷

高苏亚¹, 党高潮¹, 李 华²

(1. 西北大学 化学系, 陕西 西安 710069; 2. 西北大学分析科学研究所, 中药现代化研究中心, 陕西 西安 710069)

三黄片为常用中药制剂,由大黄、黄芩、黄连 3 味中药组成,具有清热解毒,泻火通便之功效,用于三焦热盛、目赤肿痛、口鼻生疮、牙龈出血、尿赤便秘、急性肠胃炎、痢疾等症。《中国药典》2005 年版一部三黄片项下只对大黄进行了定量控制。三黄片中黄芩苷测定方法的报道有高效液相色谱法、薄层扫

描法等。本实验采用高效毛细管区带电泳测定三黄片中黄芩苷,结果表明实验可靠、简便,可为三黄片的质量监控提供参考。

1 仪器与试剂

HPCE—01 高效毛细管电泳仪(山东省化工研究院),DD2000 紫外可变波长检测器;N2000 色谱

收稿日期:2006-09-09

基金项目:国家自然科学基金资助项目(20675063)

作者简介:高苏亚(1971—),女,陕西西安人,硕士,现工作于西安医学院药系,研究方向为中药质量控制、生物分析化学和过程分析研究。Tel:(029)88302942 E-mail:gaosuya1972@163.com