

75%乙醇提取时差异不大,故建议采用75%乙醇提取,在此基础上进一步优化提取次数。

本实验运用正交设计,以有效成分黄芪甲苷作为指标,采用HPLC-ELSD法,优化了蒙古黄芪的提取工艺,可提高黄芪药材中有效成分黄芪甲苷的提取率,对确定黄芪药材及制剂的质量标准提供科

学依据。

参考文献:

- [1] 马英丽,赵怀清,田振坤等.黄芪质量的化学模式识别研究.中草药,2003,34(5):460-462
- [2] 陈韩英,李炳奇,刘红,等.黄芪皂甙提取工艺的研究[J].石河子大学学报:自然科学版,2004,(22)2:170-172
- [3] 杨晓雷,曹云.从黄芪生药中提取黄芪甲苷的工艺研究[J].现代化工,2008,28(增刊2):373-376

HPLC法测定消栓通络软胶囊中丹参素

叶荣飞¹,石森林^{2*},高敏²

(1 台州市中西医结合医院,浙江台州 317500; 2 浙江中医药大学药学院,浙江杭州 310053)

摘要:目的 建立消栓通络软胶囊中丹参素的高效液相色谱测定方法。方法 色谱柱为Agilent C₁₈柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇-0.5%冰醋酸溶液(10:90),体积流量为1.0 mL/min;检测波长为280 nm;柱温为室温,进样量为20 μL。结果 丹参素进样量在0.439 2~2.196 0 μg,峰面积值线性关系良好($r=0.999 8$);平均回收率为98.30%,RSD为1.02%。结论 建立的测定方法简便、准确、灵敏,可用于消栓通络软胶囊中丹参素的测定。

关键词:消栓通络软胶囊;丹参素;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(2009)06-0911-02

消栓通络软胶囊系由川芎、丹参、黄芪、泽泻、三七等11味药材组成,具有活血化瘀、温经通络的功效,用于治疗血脂增高,脑血栓引起的精神呆滞,舌质发硬、言语迟涩、发音不清、手足发凉、活动疼痛等症。丹参性微寒、味苦,有祛瘀止痛、活血调经、养心除烦的功效,有效成分菲醌类化合物丹参素具有抗菌作用,对心绞痛、心肌梗死有一定疗效。原标准中仅记载了人参皂苷Rg₁的定量方法。为了有效控制其内在质量,本实验以方中主药丹参的水溶性成分丹参素为考察指标,进行HPLC法测定,结果表明,该方法灵敏度、稳定性和重现性好,回收率高,适用于该产品的质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent1100液相色谱仪;岛津TU-1901紫外分光光度计;SartoriusBP211D电子天平;USC-502超声波清洗器。甲醇为色谱纯,水为双蒸水(自制),其余试剂均为分析纯。消栓通络软胶囊(自制);丹参素钠对照品(批号:110855-200104)购自中国药品生物制品检定所)。

2 方法与结果

2.1 检测波长的选择:对丹参素钠对照品溶液进行

紫外扫描(200~400 nm),结果丹参素钠在280 nm波长处有最大吸收,因此选择280 nm作为检测波长。

2.2 色谱条件:色谱柱为Agilent C₁₈柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为甲醇-0.5%冰醋酸溶液(10:90),体积流量为1.0 mL/min,检测波长为280 nm,柱温为室温,进样量为20 μL。理论板数按丹参素计算应不低于3 000。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取丹参素钠对照品15.02 mg,置25 mL量瓶中,加0.5%醋酸溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取上述溶液10 mL,置100 mL量瓶中,加0.5%冰醋酸至刻度,摇匀,即得对照品溶液(含丹参素钠60 μg/mL,相当于含丹参素54 μg/mL)。

2.4 供试品溶液的制备:取本品内容物约1.0 g,精密称定,置100 mL量瓶中,精密加入25 mL水,称定质量,超声处理(150 W, 50 kHz)20 min,放冷,称定质量,用水补足减失的质量,摇匀,离心,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.5 阴性对照溶液的制备:取缺丹参阴性样品1.0 g,按供试品溶液的制备方法制备缺丹参的阴性对照溶液。

2.6 线性关系考察:精密称取丹参素钠对照品

* 收稿日期:2008-10-11

作者简介:叶荣飞,男,主管中药师,浙江温岭人,从事中药房业务及管理工作。Tel:(0576)86440817

* 通讯作者 石森林 Tel:(0571)86613524 E-mail:pjstone@163.com

12 21 mg(相当于丹参素 10 98 mg), 置 100 mL 量瓶中, 加 0.5% 冰醋酸溶液溶解并加至刻度, 摇匀。分别精密吸取 4、8、12、16、20 μ L 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 得出回归方程 $Y = 324\ 447.155\ 3\ X + 109\ 246.084\ 8$, $r = 0.999\ 8$, 表明丹参素在 0.439 2 ~ 2.196 0 μ g 与峰面积的线性关系良好。

2.7 阴性干扰试验考察: 取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液分别在选定的色谱条件下进样分析, 结果阴性样品在样品相应位置上无干扰, 说明消栓通络软胶囊中其他药味对丹参素的测定无干扰。

2.8 精密度试验: 精密吸取供试品溶液, 按照上述色谱条件进样 20 μ L, 连续进样 5 次, 计算得丹参素钠峰面积的 RSD 值为 1.66%。

2.9 稳定性试验: 精密吸取供试品溶液, 于 0、2、4、6、10 h 按上述色谱条件分别进样 20 μ L, 按丹参素钠峰面积计算, 结果丹参素钠峰面积积分值的 RSD 值为 0.629%, 表明供试品溶液在 10 h 内均稳定。

2.10 重复性试验: 取同一批供试品(批号为 20040630), 共 5 份, 分别制备供试品溶液, 按上述色谱条件进样 20 μ L 进行测定, 结果样品中丹参素的平均质量分数为 1.263 mg/粒, RSD 为 0.760% ($n = 5$)。

2.11 回收率试验: 取同一批样品(批号为 20040630, 含丹参素 1.263 mg/粒)6 份, 精密称定, 分别精密加入 0.708 0、0.826 0、0.944 0 mg 丹参素钠对照品, 制备成供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 记录色谱图并计算回收率, 结果平均回收率为 98.30%, RSD 为 1.02% ($n = 6$)。

2.12 样品的测定: 取 3 批消栓通络软胶囊样品, 每批

测定 3 份, 制备供试品溶液, 按上述色谱条件分别进样 20 μ L, 按外标法计算丹参素的质量分数, 结果见表 1。

表 1 消栓通络软胶囊中丹参素的测定结果

Table 1 Determination of danshensu in Xiaoshuan Tongluo Soft Capsula

批号	丹参素/(mg·粒 ⁻¹)
20040825	1.263
20040827	1.212
20040829	1.284

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法的考察: 在预试验中考察提取溶剂(水、甲醇、乙醇)、提取方法(超声法、加热法)以及提取时间(10、20、30 min)的影响, 结果选用水为溶剂超声提取 20 min 制备供试品溶液, 丹参素的量较高, 主峰分离理想。

3.2 色谱柱的选择: 选用 Agilent C₁₈ 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μ m)和 Kromteck C₁₈ 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μ m)两种色谱柱做对比研究, 结果 Kromteck C₁₈ 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μ m)柱虽也能达到基线分离, 但柱效稍低; 因此选用 Agilent C₁₈ 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μ m)。

3.3 流动相的选择: 考虑到丹参素的柱效和分离情况, 曾选择甲醇-水-0.5%三氯乙酸(8:90:2)为流动相、甲醇-水-乙腈-冰醋酸(8:92:0.5:1)、甲醇-[水-二甲基甲酰胺-冰醋酸(93:2:1)](11.7:88.3)、甲醇-0.5%冰醋酸溶液(10:90)为流动相; 结果甲醇-0.5%冰醋酸溶液(10:90)为流动相分离效果满意, 丹参素峰已达基线分离, 峰形对称; 缺丹参阴性对照样品无干扰。最终确定甲醇-0.5%冰醋酸溶液(10:90)为流动相。

高效液相色谱法测定生脉分散片中五味子醇甲

金福¹, 石森林^{2*}, 朱雨晴²

(1 临海市第二人民医院, 浙江 临海 317016; 2 浙江中医药大学药学院, 浙江 杭州 310053)

摘要: 目的 定量分析生脉分散片中的五味子醇甲。方法 采用高效液相色谱法。Kromasil C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μ m); 以甲醇-水(60:40)为流动相; 体积流量为 1 mL/min; 检测波长为 250 nm; 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 进样量为 20 μ L。结果 五味子醇甲在 0.260 4 ~ 1.302 0 μ g 呈现良好的线性关系, 平均回收率 99.7%, RSD 为 1.22% ($n = 9$); 每片中含五味子醇甲为 0.25 ~ 0.34 mg。结论 本法操作简便、准确、专属性好, 可作为生脉分散片中五味子的质量控制方法。

* 收稿日期: 2008-12-26

作者简介: 金福(1962-), 男, 浙江省临海市人, 主管药师, 大专, 1985 年至今在临海市第二人民医院药剂科工作, 主要从事中西药物药理研究。Tel: 13357692935 E-mail: yjkjf-001@163.com

* 通讯作者 石森林