

表 1 不同厂家板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的测定结果 (n=3)
Table 1 Determination of clemastanin B in Banlangen Granula from different factories (n=3)

生产厂家	批号	规格/(g·袋 ⁻¹)	落叶松树脂醇-吡喃糖苷/(μg·g ⁻¹)	RSD/%
哈药集团世一堂制药厂	707530	5	194.6	1.30
广州白云山和记黄埔中药有限公司	A8A027	10	32.6	1.27
甘肃众友药业有限公司	110305	10	104.8	1.38
上海海虹实业(集团)巢湖中辰药业有限公司	71032	10	25.3	1.96
上海中瀚投资集团宁国邦宁制药有限公司	70706	10	10.6	2.72
山东三九药业有限公司	712025	10	20.0	2.22
芜湖张恒春药业有限公司	711011	10	27.4	1.71
吉林敖东延边药业股份有限公司	0706008-262	10	49.3	1.25

明以 50% 甲醇为最佳提取溶媒;以 50% 甲醇为提取溶媒,比较了 3 种不同的提取方法:冷浸法、回流提取法、超声提取法,结果后者提取量明显高于前两种提取方法;采用超声提取法,分别考察了加入 10、20、30、40、50 mL 50% 甲醇的提取效果,结果表明 40、50 mL 提取量无明显差别,故选择 40 mL 50% 甲醇进行提取;采用超声提取法,加入 40 mL 50% 甲醇,又分别考察了提取 15、30、45、60、75 min 的提取效果,结果表明从超声提取 30 min 后,提取量无明显差别,故提取时间选择 30 min。

不同厂家板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷从 10.6~194.6 μg/g。其中,上海中瀚投资集团宁国邦宁制药有限公司的板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的量最低,而哈药集团世一堂制药厂的

量最高。虽然各个厂家生产的板蓝根颗粒包装规格略有差别,但各厂家药品服用量均为 5~10 g/次,3~4 次/日,这使得在临床上应用该制剂时,有可能药效相差较大,故而,需要对板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的量进行控制。各厂家工艺条件不一致及原药材质量的优劣是板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷差异的主要原因。

参考文献:

[1] 颜艺周,邹品文. HPLC 法测定板蓝根颗粒中靛玉红的含量[J]. 中国药房,2008,19(3):211-212.
[2] 熊 丽,干国平. 复方板蓝根颗粒中靛蓝和靛玉红的含量测定[J]. 中国药师,2007,10(10):1047-1048.
[3] 李 祥,何立巍,孙东东,等. 板蓝根抗病毒提取物和提取方法及用途以及含量测定方法[P]. 中国专利:CN1969923,2007-05-30.

HPLC 法测定肾炎康复片中丹参酮 I、隐丹参酮和丹参酮 II_A

周 军¹,马 莉²,吕曙华¹

(1. 天津市药品检验所,天津 300074; 2. 天津药物研究院中药现代部,天津 300193)

摘 要:目的 肾炎康复片中丹参酮 I、隐丹参酮 II_A 进行测定。方法 采用高效液相色谱法,Phenomenex C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);柱温:35℃;流动相:乙腈-甲醇-水(50:25:25);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:270 nm。结果 丹参酮 I、隐丹参酮及丹参酮 II_A 的线性范围分别为 0.010~0.260 μg,0.010 2~0.255 μg,0.020 2~2.02 μg;平均回收率分别为 98.6%(RSD 为 1.7%),97.5%(RSD 为 1.3%),100.2%(RSD 为 0.82%)。结论 本方法简便、快速、准确,可以作为肾炎康复片的质量控制标准。
关键词:肾炎康复片;丹参酮 I;隐丹参酮;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(2009)11-1754-03

肾炎康复片是天津同仁堂制药有限公司生产的品种,用于益气养阴,补肾健脾,清除余毒,主治慢性肾小球肾炎,属于气阴两虚,脾肾不足,毒热未清证者,表现为神疲乏力,腰酸腿软,面浮脸肿,头晕耳

鸣;蛋白尿,血尿等。本品处方中含有西洋参、丹参、益母草等 13 味中药材,丹参具有祛瘀止痛、活血通经的功效,因此测定丹参中脂溶性成分可以更加有效的控制样品的质量。因此本实验采用 HPLC

收稿日期:2009-01-14
作者简介:周 军(1976—),男,天津人,主管药师,硕士,1998 年毕业于天津中医学院中药系,获得本科学位,2006 年毕业于天津大学药物分析学专业,获得硕士学位,研究方向为药物分析与质量控制。Tel:(022)23374076

法同时测定处方中丹参脂溶性成分丹参酮 I、隐丹参酮及丹参酮 II_A,方法简单,结果可靠。

1 仪器与试剂

岛津 LC—2010A 高效液相色谱仪。丹参酮 I (批号 110867-200205)、隐丹参酮 (批号 110852-200305)、丹参酮 II_A (批号 110766-200518) 购自中国药品生物制品检定所,水为纯化水 (自制)。乙腈为色谱纯,甲醇为分析纯;肾炎康复片样品 (规格 0.3 g/片) 及缺丹参的阴性样品均由天津同仁堂制药有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:Phenomenex C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm);柱温:35℃;流动相:乙腈-甲醇-水 (50:25:25);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:270 nm。

2.2 对照品溶液的制备:取丹参酮 I 加少量三氯甲烷溶解后,加甲醇制成 20 μg/mL 的溶液;另取隐丹参酮及丹参酮 II_A 对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加甲醇制成 100 μg/mL 的溶液,精密吸取上述两种溶液各 5 mL 置 50 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,作为混合对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取本品 20 片 (批号 390014),除去包衣,精密称定,研细,精密称取 1 g,精密加入甲醇 25 mL,称定质量,加热回流 30 min,放冷,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

2.4 阴性样品溶液的制备:精密称取阴性样品 1 g,按供试品溶液的制备方法制成阴性样品溶液。

2.5 线性关系考察:精密称取丹参酮 I、隐丹参酮及丹参酮 II_A 对照品适量,制成 0.104、0.102、0.202 mg/mL 的储备液,再分别取 1、2、5、10、25 mL 分别置 100 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,分别取 10 μL,注入高效液相色谱仪,测定。以质量浓度为横坐标,峰面积值为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程。丹参酮 I: $Y = 4.948 \times 10^6 X - 0.174 \times 10^3$ ($r = 0.9999$),线性范围 0.010 4~0.260 μg;隐丹参酮: $Y = 4.405 \times 10^5 X + 3.320 \times 10^3$ ($r = 0.9999$),线性范围 0.0102~0.255 μg;丹参酮 II_A: $Y = 5.299 \times 10^5 X - 2.723 \times 10^3$ ($r = 0.9999$),线性范围在 0.020 2~2.02 μg。

2.6 精密度试验:取同一供试品溶液连续进样 6 次,结果丹参酮 I、隐丹参酮、丹参酮 II_A 峰面积值的 RSD 分别为 0.7%、1.2%、0.1%。

2.7 重现性试验:取同一批号 (批号 390014) 样品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,精密称取 1 g,共 6

份,制备成供试品溶液,进样测定,计算,结果丹参酮 I 的质量分数为 0.005 7%,RSD 为 1.1%;隐丹参酮的质量分数为 0.017%,RSD 为 0.98%;丹参酮 II_A 的质量分数为 0.026%,RSD 为 0.45%。

2.8 稳定性试验:取同一供试品溶液,分别在 0、2、4、8、16、24 h 进样,测定,计算丹参酮 I、隐丹参酮、丹参酮 II_A 峰面积的 RSD 分别为 1.5%、1.2%、1.6%。结果表明丹参酮 I、隐丹参酮、丹参酮 II_A 在 24 h 内稳定。

2.9 回收率试验:取同一批号 (批号 390014) 样品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,精密称取 0.5 g,共 6 份,分别精密加入含丹参酮 I 1.14 μg/mL、隐丹参酮 3.4 μg/mL、丹参酮 II_A 5.26 μg/mL 的对照品溶液 25 mL,制备供试品溶液,测定,计算回收率,结果丹参酮 I 平均回收率为 98.6%,RSD 为 1.7%;隐丹参酮平均回收率为 97.5%,RSD 为 1.3%;丹参酮 II_A 平均回收率为 100.2%,RSD 为 0.82%。

2.10 样品测定:取 11 个批号的样品,制备供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液及阴性样品溶液各 5~10 μL,进样测定,按外标法计算丹参酮 I、隐丹参酮、丹参酮 II_A 的质量分数,结果见表 1。高效液相色谱图见图 1。

表 1 肾炎康复片中丹参酮 I、隐丹参酮和丹参酮 II_A 的测定结果

Table 1 Determination of tanshinone I, cryptotanshinone, and tanshinone II_A in Shenyang Kangfu Tablets

批 号	丹参酮 I / %	隐丹参酮 / %	丹参酮 II _A / %
020507	0.007	0.020	0.030
030412	0.006	0.016	0.025
030313	0.005	0.015	0.023
010609	0.005	0.015	0.023
010402	0.005	0.014	0.022
390013	0.005	0.014	0.022
020715	0.006	0.019	0.029
010820	0.005	0.014	0.021
011028	0.005	0.014	0.021
020931	0.008	0.023	0.035
020246	0.005	0.016	0.025

3 讨论

采用不同溶剂 (甲醇、乙醇)、不同的提取方法 (超声、加热回流) 和不同的时间 (20、30、60、120 min) 对样品进行处理,结果发现采用甲醇加热回流 30 min 即可。

采用乙腈-水 (70:30)、甲醇-水 (80:20)、甲醇-水-磷酸 (75:25:0.1)、甲醇-水-冰醋酸 (75:25:1)

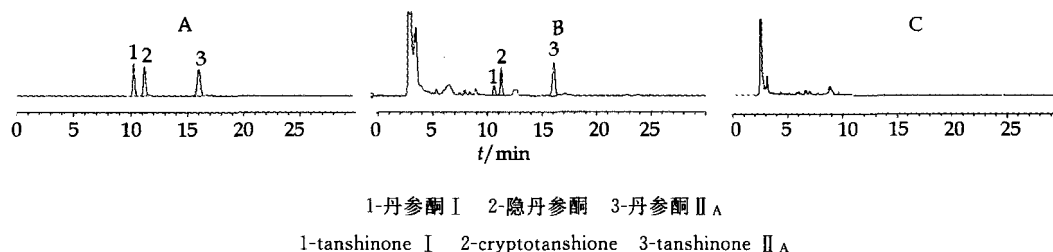


图1 对照品(A)、肾炎康复片(B)及阴性样品(C)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of reference substances (A), Shenyang Kangfu Tablet (B), and negative sample (C)

等流动相^[1],经比较在相同流动相与不同品牌的色谱柱(Dima、三维、Phenomenex 等色谱柱)后,采用乙腈-甲醇-水(50:25:25)为流动相,使用上述色谱柱分离效果均可,丹参酮I、隐丹参酮、丹参酮II_A色谱峰与相邻峰分离度均大于1.5。

参考文献:

[1] 王臣芳,罗海霞,周宇胜,等.精制冠心病片中丹参脂溶性成分的HPLC含量测定[J].中国现代药物应用,2008,2(6):21.

HPLC-ELSD 法测定血府逐瘀胶囊中苦杏仁苷、芍药苷和柚皮苷

高颖,高文远*,董玄

(天津大学药物科学与技术学院,天津 300072)

摘要:目的 建立血府逐瘀胶囊中苦杏仁苷、芍药苷、柚皮苷的 HPLC-ELSD 测定方法。方法 采用 HPLC 法,色谱柱为 HiQ-C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈-0.8%醋酸水溶液,梯度洗脱;体积流量为 0.8 mL/min;柱温 30 ℃;ELSD 漂移管温度为 110 ℃,载气(空气)体积流量为 2.5 L/min,进样量:20 μL。结果 3 个成分均能达到基线分离,平均回收率分别为苦杏仁苷 97.47%、RSD 为 2.1%(n=6);芍药苷 99.19%、RSD 为 1.9%(n=6);柚皮苷 98.38%、RSD 为 1.3%(n=6)。结论 本方法简便、快速、准确,可作为血府逐瘀胶囊的质量控制方法。

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2009)11-1756-03

血府逐瘀胶囊来源于清代王清任的《医林改错》,由桃仁、当归、枳壳、川芎、柴胡、红花、牛膝、赤芍、地黄、桔梗、甘草 11 味药组成,具有活血祛瘀,行气止痛之功效,主要用于瘀血内阻,胸痛或头痛,内热烦闷,失眠多梦,心悸怔忡,急躁易怒,冠心病心绞痛、血管及外伤性头痛等症^[1,2]。目前对其质量控制为《国家药品监督管理局标准》WS3-B-3049-98 血府逐瘀胶囊质量标准,采用 HPLC 法测定芍药苷,规定每粒含芍药苷不得低于 0.24 mg。本实验采用 HPLC-ELSD 法一次进样同时检测血府逐瘀胶囊中苦杏仁苷、芍药苷、柚皮苷 3 个成分,方法简便、可靠、重现性好,提高和完善了血府逐瘀胶囊的质量标准。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司);Alltech 2000 型 ELSD 检测器(美国奥泰公

司);XWK-3A 空气泵(天津市华生分析仪器厂);Sartorius CP255D(北京赛多利斯天平有限公司);KQ3200DB 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

乙腈(康科德,色谱醇),水为去离子水,甲醇(康科德,分析纯),醋酸(分析纯)。苦杏仁苷(批号 110820-200403)、芍药苷(批号 110736-200630)、柚皮苷(批号 110722-200610)对照品由中国药品生物制品检定所提供;血府逐瘀胶囊(每粒装 0.4 g)由天津宏仁堂药业有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验:色谱柱为 HiQ-C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:A(乙腈)-B(0.8%醋酸水溶液),梯度洗脱:0~15 min(B: 90%→85%),15~25 min(B: 85%→65%),25~30

收稿日期:2008-12-16

基金项目:天津市科技创新专项资金项目(06FZZDSH00404)

作者简介:高颖(1977—),女,吉林人,讲师,在读博士生,主要从事中药质量控制研究。E-mail:gying77@163.com

*通讯作者 高文远 Tel/Fax:(022)87401895 E-mail:pharmgao@tju.edu.cn