

HPLC 测定乐脉片中丹酚酸 B 的含量

封海霞,况刚,王慧,邓开英*
(重庆市食品药品检验所,重庆 401121)

[摘要] 目的:建立 HPLC 测定乐脉片中丹酚酸 B 含量的方法。方法:采用 Waters SymmetryShield RP18 色谱柱(3.9 mm×150 mm,5 μm),流动相乙腈-甲醇-1.7% 甲酸水溶液(4:27:69),检测波长 286 nm。结果:丹酚酸 B 在 0.20~2.5 μg 成良好的线性关系($r=0.999\ 9$),平均回收率为 100.2% ($n=6$,RSD 2.0%)。结论:方法简便、快速准确、灵敏度高,重复性好,可作为乐脉片中丹酚酸 B 的含量测定。

[关键词] 乐脉片;丹酚酸 B;HPLC;含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)24-0144-03

Determination of Salvianolic Acid B in Lemai Tablets by HPLC

FENG Hai-xia, KUANG Gang, WANG Hui, DENG Kai-ying*
(Chongqing Institute of Food and Drug for Control, Chongqing 401121, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determination of salvianolic acid B in Lemai tablets by HPLC. **Method:** A Waters SymmetryShield RP18 column (3.9 mm×150 mm, 5 μm) was used with the mobile phase of acetonitrile-methanol-1.7% formic acid (4:27:69) at the detection wavelength of 286 nm. **Result:** The calibration curve was linear in the range of 0.20-2.5 μg ($r=0.999\ 9$). The average recovery was 100.2% ($n=6$,RSD 2.0%). **Conclusion:** The method is convenient, quick, accurate and suitable for the determination of salvianolic acid B in Lemai tablets.

[Key words] Lemai tablets; salvianolic acid B; HPLC; determination

乐脉片为丹参、川芎、赤芍等 7 味中药经水煎煮而制成的复方制剂,具有行气活血化瘀通脉之功效,用于气滞血瘀所致的头痛、眩晕、胸痛、心悸;冠心病心绞痛、多发性脑梗死见上述症候者,其中丹参所含丹酚酸 B 与其疗效相关,但现行标准中未对其进行控制。为了更好的控制该产品质量,参考文献[1-13],建立了测定处方丹参中丹酚酸 B 含量的 HPLC 方法。

1 仪器与试剂

Shimadzu LC 2010AHT 型高效液相色谱仪(日本岛津公司);丹酚酸 B 对照品(中国药品生物制品

检定所,批号 111562-201110,含量以 98% 计);乐脉片(西安交大药业(集团)有限公司,批号 101201,101202,101203,0.45 g/片);乙腈为色谱纯,甲醇为色谱纯和分析醇,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取丹酚酸 B 对照品适量,加 75% 甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取乐脉片 20 片,除去薄膜衣,精密称定,研细,取约 0.3 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 75% 甲醇 25 mL,密塞,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 33 kHz)30 min,放冷,再称定质量,用 75% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

2.1.3 阴性对照溶液的制备 按乐脉片制备工艺制备缺丹参的阴性对照样品,再按 2.1.2 项下方法

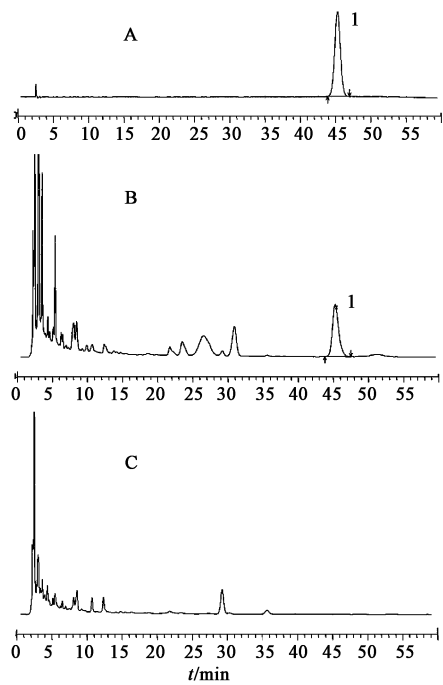
[收稿日期] 20120525(373)

[第一作者] 封海霞,中药师,从事药品检验和质量控制研究, Tel:023-86072798, E-mail:searayf@163.com

[通讯作者] * 邓开英,主任药师,从事药品检验和质量控制研究, Tel:023-86072400, E-mail: dengkaiying6811@sina.com

制备阴性对照溶液。

2.2 色谱条件 色谱柱: Waters SymmetryShield RP₁₈ (3.9 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相 乙腈-甲醇-1.7% 甲酸水溶液 (4: 27: 69), 流速 1.0 mL · min⁻¹, 检测波长 286 nm, 柱温 40 ℃, 进样量 10 μL。在此色谱条件下, 供试品中丹酚酸 B 色谱峰与相邻色谱峰达到基线分离, 见图 1。



A. 对照品; B. 样品; C. 丹参阴性; 1. 丹酚酸 B
图 1 乐脉片高效液相色谱

2.3 线性关系考察 精密称取丹酚酸 B 对照品 0.010 26 g, 置 100 mL 量瓶中, 加 75% 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 2, 5, 10, 15, 20, 25 μL, 测定峰面积。以进样量 C (μg) 为横坐标、峰面积 A 为纵坐标进行线性回归, 得回归方程 $A = 1\,154\,465.8C + 3\,476.7$ ($r = 0.999\,9$), 表明丹酚酸 B 在 0.20 ~ 2.5 μg 成良好的线性关系。

2.4 精密度试验 精密吸取丹酚酸 B 对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10 μL, 测定, 峰面积的 RSD 0.2%, 表明仪器精密度良好。

2.5 重复性试验 取同一批样品 (批号 101203), 按 2.1.2 项下方法制备 6 份供试品溶液, 测得丹酚酸 B 的平均含量为 10.78 mg · g⁻¹, RSD 2.0%, 表明方法重复性较好。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别于室温条件放置 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进样, 每次 10 μL, 测定丹酚酸 B 的峰面积, RSD 0.8%, 表明供试品溶液在 10 h 内稳定性良好。

2.7 加样回收试验 分别精密量取丹酚酸 B 对照品甲醇溶液 1.0 mL, 共 6 份, 各置 6 个具塞锥形瓶中, 挥干溶剂, 再分别精密称取已测定含量的样品 (批号 101203, 含量 10.78 mg · g⁻¹) 粉末 6 份, 分别加入锥形瓶中, 按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液, 分别进样 10 μL, 测定丹酚酸 B 的量, 并计算加样回收率。

表 1 加样回收率试验 (n = 6)

No.	取样量 /g	样品中 含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	0.251 1	3.364 7	3.000 0	6.317 0	98.41	100.2	2.0
2	0.249 2	3.339 3	3.000 0	6.243 3	96.80		
3	0.252 2	3.379 5	3.000 0	6.362 1	99.42		
4	0.248 4	3.328 6	3.000 0	6.262 9	97.81		
5	0.251 7	3.372 8	3.000 0	6.375 8	100.10		
6	0.249 8	3.347 3	3.000 0	6.275 4	97.60		

2.8 样品测定 取乐脉片 3 批样品, 按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液, 按测定丹酚酸 B 的含量。见表 2。

表 2 样品含量测定 (n = 3)

批号	丹酚酸 B 含量 / mg · 片 ⁻¹
101201	4.4
101202	4.4
101203	4.9

3 讨论

3.1 流动相和检测波长的选择 参照《中国药典》2010 年版一部丹参项下丹酚酸 B 含量测定的方法, 采用 C₁₈ 柱, 以乙腈-甲醇-1.7% 甲酸水溶液 (4: 27: 69) 为流动相, 检测波长 286 nm, 结果丹酚酸 B 对照品和样品中丹酚酸 B 色谱峰峰形尖锐, 对称性好, 阴性对照无干扰。

3.2 供试品溶液制备方法的选择 考察了不同的提取溶剂 (75% 甲醇和甲醇)、提取方式 (超声提取和加热回流提取) 和提取时间 (20, 30, 40 min) 对测定结果的影响, 结果在以 75% 甲醇为溶剂、超声处理 30 min 的条件下丹酚酸 B 的提取效果最好, 方法简便。

[参考文献]

[1] 李世杰, 付红, 曲银锋. 宁神补心片的质量标准研究 [J]. 中国医药科学, 2011, 1(7): 46, 61.

HPLC 测定孕妇清火丸中芒果苷

孟建升*, 蒋俊春
(商丘市食品药品检验所, 河南 商丘 476000)

[摘要] 目的:建立孕妇清火丸中芒果苷的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法, Thermo BDS HYPERSIL C₁₈ 色谱柱, 乙腈-0.2% 冰醋酸溶液(15:85)为流动相, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 258 nm。结果:芒果苷在 0.053 50~0.374 5 μg 线性关系良好($r=0.999\ 8$), 平均回收率为 99.22%, RSD 1.15% ($n=6$)。结论:该方法简便、准确, 重复性好, 可用于孕妇清火丸的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱; 孕妇清火丸; 芒果苷
[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)24-0146-03

Determination of Mangiferin in Yunfu Qinghuo Pills by HPLC

MENG Jian-sheng*, JIANG Jun-chun
(Shangqiu Institute for Food and Drug Control, Shangqiu 476000, China)

[Abstract] Objective: To establish a method for the determination of mangiferin in Yunfu Qinghuo pills. Method: Using HPLC, chromatographic conditions: the chromatographic system consisted of Thermo BDS HYPERSIL C₁₈ column, using acetonitrile-0.2% acetic acid glacial (15:85) as mobile phase. The content was detected at a wavelength of 258 nm, the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. Result: Mangiferin was linear in the range of 0.053 50-0.374 5 μg ($r=0.999\ 8$), the average recovery was 99.22% and RSD was 1.15% ($n=6$). Conolusion: The method is simple, accurate, reproducible and can be used for the determination of the content of mangiferin in Yunfu Qinghuo Pills.

[Key words] HPLC; Yunfu Qinghuo pills; mangiferin

[收稿日期] 20120227(030)
[通讯作者] * 孟建升, 主管药师, 从事药品质量标准, 药品检验研究, Tel:13849666275, E-mail:18258284@qq.com

[2] 王英, 李云. 不同厂家复方丹参注射液中丹酚酸 B 的含量比较[J]. 中国医药指南, 2012, 10(9):401.

[3] 于晶晶, 徐飞鹏. RP-HPLC 同时测定香丹注射液中丹参素钠、原儿茶醛和丹酚酸 B 的含量[J]. 海峡药学, 2012, 24(2):45.

[4] 吕鹏, 张振凌, 杨锁成. HPLC 测定复方丹参降浊丸中丹酚酸 B 的含量[J]. 中国中医药现代远程教育, 2011, 21(9):134.

[5] 孙志浩, 李秀娟, 晏宗霞, 等. HPLC 测定血栓心脉宁片中芦丁和丹酚酸 B 的含量[J]. 中国现代中药, 2011, 13(12):43.

[6] 林生文, 李瑞明, 陈孝, 等. 高效液相色谱法测定丹墨胶囊中丹酚酸 B 含量[J]. 中国药业, 2011, 20(21):20.

[7] 张中华. HPLC 法同时测定丹参当归复方制剂中丹酚酸 B 和阿魏酸的含量[J]. 实用医药杂志, 2011, 28(11):995.

[8] 梁永平. 活血生骨片的质量控制方法研究[J]. 时珍国医国药, 2011, 22(8):1906.

[9] 李德鑫, 郑亚玉, 靳风. HPLC 法测定肾石通胶囊中丹酚酸 B 含量[J]. 中国中医药咨讯, 2012, 4(2):60.

[10] 赵小伟, 车晓平, 李卫敏, 等. 三参通脉颗粒质量标准研究[J]. 北京中医药, 2011, 30(11):862.

[11] 官柳, 肖礼娥. 高效液相色谱法测定心通口服液 中丹酚酸 B、原儿茶醛的含量[J]. 海峡药学, 2011, 23(9):66.

[12] 黄胜春, 葛朝霞. 高效液相色谱法测定康糖胶囊中丹酚酸 B 含量[J]. 中国药业, 2010, 19(11):19.

[13] 郭强, 宋汉敏, 李振国. HPLC 法测定活血通脉片中丹酚酸 B 的含量[J]. 中医研究, 2011, 24(11):22.

[责任编辑 顾雪竹]