

脉炎消注射液的定性及定量分析研究

初洁秋 韩 莉 孙 平(哈尔滨医科大学第二临床医学院 150086)

胡君茹 吴琳华 陆义诚 徐凯建(哈尔滨医科大学临床药学药物研究所 150086)

摘要 采用薄层扫描法对脉炎消注射液中丹参、刺五加、金银花进行了定性鉴别;并应用 RP-HPLC 法对丹参中丹参素和原儿茶醛的含量进行测定。方法简单、重现性好,可作为该制剂的定性及定量分析标准。

关键词 脉炎消注射液 薄层扫描法 HPLC 法 丹参素 原儿茶醛 绿原酸

脉炎消注射液是我们研制的纯中药制剂,具有清热解毒,活血化瘀功效,主治多发性大动脉炎等免疫性血管炎。经5年多临床疗效观察,其有效率为94%。在药效学研究的基础上为控制药品质量,我们对脉炎消注射液中的主要中药丹参、刺五加、双花进行了定性鉴别,并应用 HPLC 法测定了丹参中主要有效成分丹参素,原儿茶醛的含量。

1 仪器与试剂

液相色谱仪(美国 Waters 公司),712 自动进样器,486 检测器,810 色谱处理系统;三用紫外灯;丹参素,原儿茶醛对照品,标准药材均由卫生部中国药品生物制品检定所提供;硅胶 G:青岛海洋化工厂;所用化学试剂为分析纯;脉炎消注射液由哈医大二院药学部制剂科提供。

2 定性鉴别

2.1 丹参的鉴别 取本品 10ml,用乙醚萃取 2 次,取醚层,挥干乙醚,用无水乙醇溶解,作为供试液。另取缺味配制的阴性制剂,按上法制备,作为阴性对照品溶液。再取原儿茶醛标准对照品,加无水乙醇溶解,作为对照品溶液。再取丹参药材 2g,按制剂工艺制成溶液,再用上法萃取,制成丹参阳性对照液。吸上述各种试液 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 板上,以苯-无水乙醇(4:1)为展开剂展开,展距 16cm,取出挥干,置 365nm 紫外灯下,观察,定位,结果见图 1。

2.2 刺五加的鉴别 取本品 20ml,浓缩,过

滤备用作为供试液。另取缺味配制的阴性制剂,按制备工艺操

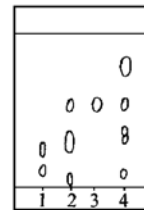


图 1 丹参 TLC 图谱

- 1 丹参阴性液
- 2 丹参阳性液
- 3 原儿茶醛对照品
- 4 样品

作,浓缩,制成阴性对照液。再取五刺加 2g,按制备工艺操作,制成阳性对照液。吸取上述各液 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 板上,以己烷:乙酸乙酯:甲醇(4:4:1)为展开剂,展开,展距 16cm,取出挥干,置 365nm 紫外灯下,观察,定位,结果见图 2。

2.3 金银花的鉴别

取本品 20ml,浓缩,过滤做

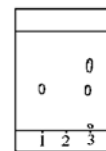


图 2 刺五加 TLC 图

- 1 刺五加阳性液
- 2 刺五加阴性液
- 3 样品

为供试液备用。另取缺味配制的阴性制剂,按制备方法操作制成阴性对照液。取金银花药材 2g,按制备工艺操作,制成阳性对照液。用无水乙醇溶解绿原酸标准品溶液,备用。吸取上述药液各 2 μ l,点于同一硅胶 G 板上。以乙酸乙酯:甲酸:水(3:0.4:0.5)为展开剂展开,展距 16cm,上行法,取出挥干,置 365nm 紫外灯下,观察定位,结果见图 3。

3 含量测定

3.1 丹参素的含量测定

3.1.1 标准

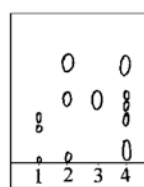


图 3 金银花 TLC 图

- 1 金银花阴性液
- 2 金银花阳性液
- 3 绿原酸标准品
- 4 样品

品溶液及样品溶液的制备 精称丹参标准品 0.0103g,移至 5ml 容量瓶中,用甲醇溶解并

稀释至刻度,制成每 1ml 含 2.06mg 的溶液作为标准溶液。取样品溶液适量,用微孔滤膜过滤,备用。

3.1.2 色谱条件 色谱柱:YWG-C18;流动相:甲醇:水(1:9)含 1%冰醋酸;流速 1.5ml/min;检测波长 UV280nm;柱温:室温。

3.1.3 线性关系的考察 取标准品溶液,自动进样,进样量分别为 10μl,5μl,1μl,0.5μl,0.1μl。以峰面积为横坐标,标准品进样量为纵坐标,结果经回归得线性方程为:

$$C = -0.1695 + 2.3777 \times 10^{-6} A, r = 0.9994$$

结果表明:丹参素进样量在 0.206μg ~ 20.60μg 之间线性关系良好。

3.1.4 精密度考察 按色谱条件进样 10μl 丹参素标准溶液,测定峰面积积分值,连续进样,重复测定 6 次,计算结果表明,所选择的色谱条件稳定,多次进样积分值重现性良好 $RSD = 1.28\%$ 。

3.1.5 回收率考察 在已知浓度的脉炎消注射液中加入不同浓度的丹参素标准溶液,按色谱条件测定,结果其平均回收率为 99.6%, $RSD = 1.84\%$ 。

3.1.6 样品的测定 分别取不同批号的样品,按色谱法自动进样 10μl,进行含量测定,结果见表 1。

表 1 脉炎消注射液中丹参素的含量

批号	940306	951027	951227	951218	960503
丹参素含量 (mg/10ml)	3.10	4.47	3.57	3.23	4.85

3.2 原儿茶醛的含量测定

3.2.1 标准品溶液及样品溶液的制备 精密称取原儿茶醛标准品 0.0460g 移至 5ml 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度。即得浓度为 9.20mg/ml 标准液。取样品溶液适量,用微孔滤膜过滤,备用。

3.2.2 色谱条件 同丹参素分离色谱条件

3.2.3 线性关系的考察 取标准品溶液,自动进样,进样量依次为 10μl,8μl,5μl,1μl,0.5μl,0.2μl,以峰面积为横坐标,对照品进样量(μg)为纵坐标,回归线性方程为:

$$C = -0.1767 + 1.7898 \times 10^{-5} A, r = 0.9995$$

结果表明:原儿茶醛进样量在 0.929 ~ 92.0 之间线性关系良好。

3.2.4 精密度考察 按色谱条件进样 10μl 原儿茶醛对照品溶液,测定其峰面积,连续进样,重复测定 6 次,结果表明,选择的色谱系统稳定,重现性好, $RSD = 1.00\%$

3.2.5 回收率测定 在已知浓度的样品液中加入不同浓度的原儿茶醛标准溶液,按色谱条件测定,结果其平均回收率为 102.19%, $RSD = 1.84\%$ 。

3.2.6 样品的含量测定 分别取不同批号的脉炎消注射液,自动进样 10μl,进行含量测定结果见表 2。

表 2 脉炎消注射液中原儿茶醛的含量

批号	940306	951027	951227	951218	960503
原儿茶醛含量 (mg/10ml)	13.99	17.78	23.09	23.85	22.74

4 讨论

丹参定性过程中,对照品和样品液均用乙醚萃取,是因为在该展开系统下,展开成分太多,干扰太大,故利用原儿茶醛溶于乙醚的特性,而除去醚不溶的杂质,利用薄层定性,也利于薄层扫描。

参考文献

- 1 周金黄,王筠默. 中药药理学. 上海:上海科学技术出版社,1985. 186
- 2 阚毓铭,黄泰康编. 量药化学实验操作技术. 北京:中国医药科技出版社,1986. 207

(收稿:1997-12-18)