

HPLC 测定冠心生脉口服液 中丹参素钠的含量

李海燕^{1*}, 李振国¹, 宋汉敏¹, 康建², 王健¹

(1. 河南省食品药品检验所, 郑州 450003; 2. 郑州大学第一附属医院, 郑州 450052)

[摘要] 目的: 建立丹参素钠含量测定方法。方法: HPLC, 色谱柱为 Phenomenex Luna C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-1% 醋酸溶液(2:98); 检测波长为 280 nm; 柱温为 35 °C; 流速 1.0 mL·min⁻¹。结果: 丹参素钠进样量在 0.087 ~ 1.092 μg 线性关系良好($r=0.999\ 98$), 平均回收率为 100.6% ($n=6$), RSD 为 1.1%。结论: 该法简便、快速、准确、可用于冠心生脉口服液的质量控制。

[关键词] 冠心生脉口服液; 丹参素钠; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)12-0078-02

Determination Content of Danshensu-sodium in Guanxin Shengmai Mixture by HPLC

LI Hai-yan^{1*}, LI Zhen-guo¹, SONG Han-min¹, KANG Jian², WANG Jian¹

(1. Henan Provincial Institute of Food and Drug Control, Zhengzhou 450003, China;

2. The First Affiliated Hospital Zhengzhou University, Zhengzhou 450052, China)

[Abstract] Objective: An HPLC method was established for the determination of danshensu-sodium. **Method:** A Phenomenex Luna C₁₈ Column(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used. The mobile phase was methanol-1% acetic acid. The detective wavelength was at 280 nm; The column temperature was at 35 °C. The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **Result:** The linear range of danshensu-sodium was 0.087-1.092 μg, $r=0.999\ 98$. The average recovery was 100.6%, RSD 1.1% ($n=6$). **Conclusion:** The method is simple and rapid which can be used for the quality control of Guanxin Shengmai Mixture.

[Key words] Guanxin Shengmai Mixture; danshensu-sodium; HPLC

冠心生脉口服液收载于新药转正标准第十册^[1]。主要用于益气生津, 活血通脉。用于心气不足, 心阴虚引起的心悸气短, 胸闷作痛, 自汗乏力, 脉微结代。因本品为口服液, 同时考虑其工艺特点, 选用丹参素钠作为指标成分, 建立了高效液相色谱法测定本品中丹参素钠含量的方法^[2-3], 以控制本品质量。此方法操作简便, 重复性好, 分析快速准确。

1 仪器与试剂

Waters2690 高效液相色谱仪-Waters996 二极管阵列检测器; 超声波清洗机(功率 250 W, 频率 40 KHz); 丹参素钠对照品(批号 110855-200508) 由中国药品生物制品检定所提供, 冠心生脉口服液由河

南省宛西制药股份有限公司生产(批号 081001, 081002, 081003); 甲醇为色谱纯, 水为乐百氏纯净水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Phenomenex Luna C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相甲醇-1% 醋酸溶液(2:98); 检测波长 280 nm; 柱温为 35 °C; 流速 1.0 mL·min⁻¹; 进样体积为 10 μL。理论塔板数按丹参素钠峰计算应不低于 8 000。见图 1。

2.2 方法

2.2.1 对照品溶液的制备 取丹参素钠对照品适量, 精密称定, 加 30% 甲醇溶液制成每 1 mL 含丹参素钠 40 μg 的溶液, 即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密量取本品 10 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加 30% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

[收稿日期] 2010-01-06

[通讯作者] * 李海燕, 主管药师, 质量分析, Tel: 0371-63388283, E-mail: kjlhy@tom.com

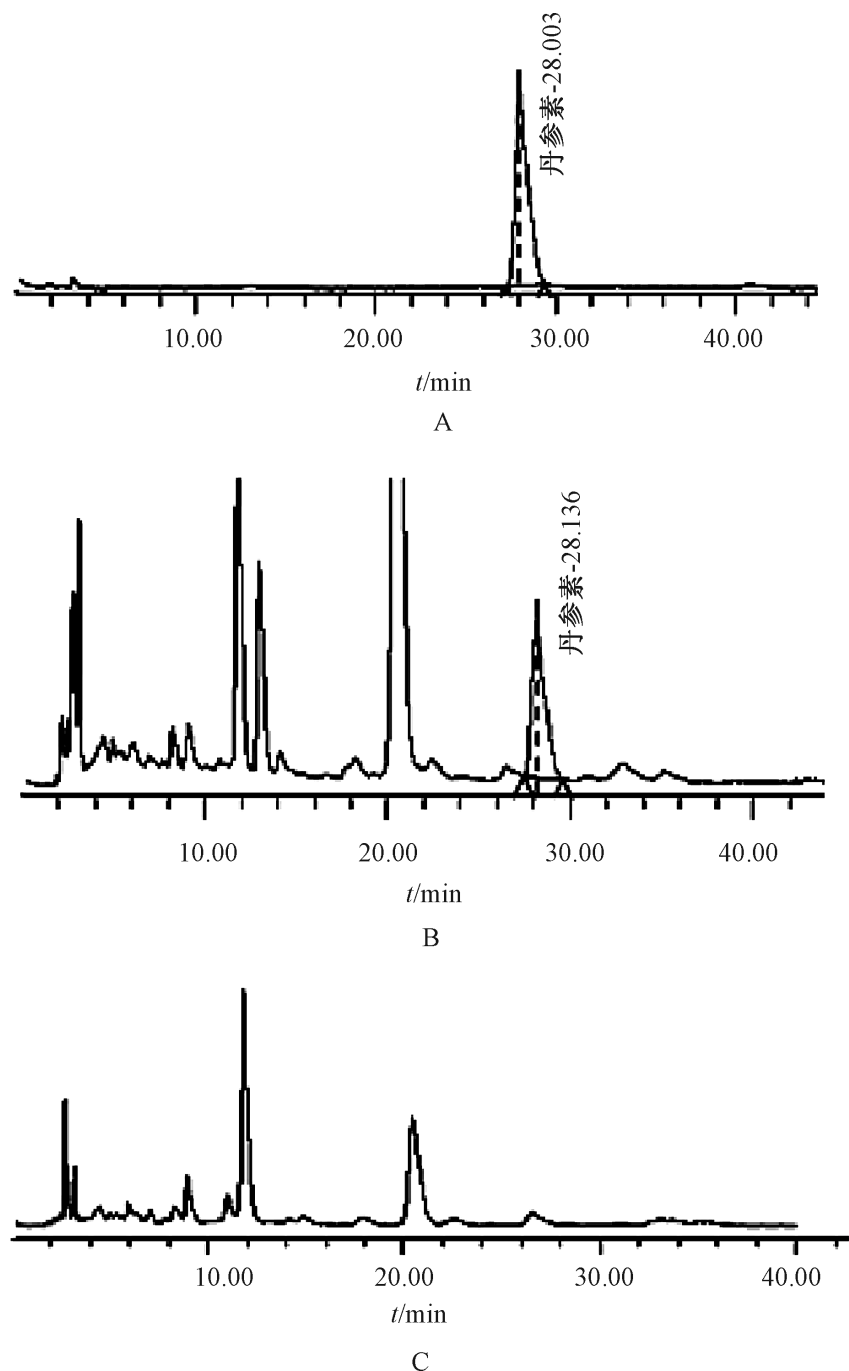


图 1 冠心病口服液含量测定高效液相色谱图
A. 丹参素钠对照品; B. 样品; C. 阴性样品

2.2.3 阴性对照溶液的制备 处方中除去丹参, 将余药按冠心病口服液制备工艺制备, 按 2.2.2 项下方法制备阴性对照溶液。

2.2.4 线性关系考察 精密吸取丹参素钠对照品溶液(43.68 g·L⁻¹) 2, 5, 10, 15, 20, 25 μL, 按上述色谱条件测定。以进样量(X, μg)为横坐标, 峰面积积分值(Y)为纵坐标绘制标准曲线, 得回归方程为 $Y = 6.16 \times 10^5 X - 4.87 \times 10^3$ ($r = 0.99998$)。结果表明, 丹参素钠在 0.087 ~ 1.092 μg 线性良好。

2.2.5 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液, 进样 10 μL, 重复进样 6 次, 其 RSD 为 0.40%。

2.2.6 重复性试验 对同一批样品(批号 081001) 5 份进行测定, 其 RSD 为 1.3%, 表明重复性良好。

2.2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液, 按上述色谱条件分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 测定丹参素钠峰面积积分值。结果, RSD 为 0.62%, 表明供试品溶液在 10 h 内基本稳定。

2.2.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的本品(批号 081001, 丹参素钠含量 0.401 g·L⁻¹) 5 mL, 称取 6 份, 精密加入丹参素钠对照品溶液(0.3666 g·L⁻¹) 5 mL, 按供试品溶液的制备方法制备加样供试品溶液。进样测定, 计算加样回收率。结果见表 1。

表 1 冠心病口服液丹参素钠回收率试验

样品丹参素钠含量/mg	对照品加入量/mg	总测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
2.005	1.833	3.881	102.2	100.6	1.1
2.005	1.833	3.855	100.8		
2.005	1.833	3.864	101.3		
2.005	1.833	3.819	99.0		
2.005	1.833	3.833	99.7		
2.005	1.833	3.845	100.3		

2.2.9 样品含量测定 分别取 3 个批次的样品(批号 081001, 081002, 081003), 按 2.2.2 项下方法制得供试品溶液, 进样测定, 按外标法计算。见表 2。

表 2 冠心病口服液样品含量测定

批号	丹参素钠含量/g·L ⁻¹	RSD/%
081001	0.398	0.91
081002	0.385	1.05
081003	0.382	0.53

3 讨论

曾选用丹参酮_A及丹酚酸 B 为指标成分, 经测定本品中丹参酮_A及丹酚酸 B 含量甚微, 无法建立含量测定方法。

含量测定选用以溶液直接稀释的方法, 操作简易。曾选用 30% 甲醇溶液、50% 甲醇溶液、70% 甲醇溶液及甲醇为提取溶剂, 结果用甲醇为溶剂时, 样品有浑浊, 用 30% 甲醇溶液、50% 甲醇溶液及 70% 甲醇溶液作提取溶剂时, 样品均澄清, 以经济环保为原则, 选用 30% 甲醇溶液作为提取溶剂。

原质量标准只对丹参药材中原儿茶醛进行了薄层鉴别, 无法对丹参药材进行有效的质量控制, 与原标准相比, 本方法增加了丹参中丹参素钠的含量测定方法, 丹参素钠为丹参中有效的指标性成分, 且方法简便、快捷、可行, 可以作为该产品质量控制的方法。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部. 卫生部药品标准新药转正标准[S]. 第十册. 1997: 32.
- [2] 唐晓清, 王康才, 陈暄, 等. 丹参不同栽培类型的生物量与水溶性、脂溶性成分积累的相关性研究[J]. 中草药, 2006, 37(5): 357.
- [3] 罗德祥, 陈淑映, 李子鸿, 等. 舒心通脉口服液质量标准研究[J]. 中国药业, 2007, 16(7): 17.

[责任编辑 顾雪竹]