

## HPLC 测定中风回春胶囊中丹酚酸 B 的含量

李小妹<sup>1</sup>, 康志英<sup>1</sup>, 梁咏<sup>1</sup>, 麻印莲<sup>2</sup>, 于定荣<sup>2\*</sup>

(1. 广州市香雪制药股份有限公司, 广州 510663; 2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

**[摘要]** 目的: 建立中风回春胶囊中丹酚酸 B 的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法测定丹酚酸 B 的含量, 色谱柱为 Phenomenex C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-1% 甲酸溶液 (40:60), 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 286 nm, 进样量 10 μL, 柱温 30 ℃。结果: 丹酚酸 B 在 7.9 ~ 196.5 mg·L<sup>-1</sup> 线性关系良好 ( $r = 0.9999$ ), 平均加样回收率为 99.06%, RSD 1.54%。结论: 建立的方法简便、准确、重复性好, 可用于中风回春胶囊的质量控制。

**[关键词]** 中风回春胶囊; 丹酚酸 B; 高效液相色谱法; 含量测定

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)13-0122-03

**[doi]** 10.11653/syjf2013130122

## Determination of Salvianolic Acid B in Zhongfenghuichun Capsule by HPLC

LI Xiao-mei<sup>1</sup>, KANG Zhi-ying<sup>1</sup>, LIANG Yong<sup>1</sup>, MA Yin-lian<sup>2</sup>, YU Ding-rong<sup>2\*</sup>

(1. Guangzhou Xiangxue Pharmaceutical Co. LTD, Guangzhou 510663, China;

2. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a method for determination of salvianolic acid B in Zhongfenghuichun Capsule. **Method:** HPLC was used to determine the content of salvianolic acid B. A Phenomenex C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column was used. The mobile phase was acetonitrile-1% methanoic acid (40:60). Flow rate was 1 mL·min<sup>-1</sup>. The detection wavelength was set at 286 nm. The injection volume was 10 μL and column temperature was kept at 30 ℃. **Result:** The calibration curve of salvianolic acid B was in good linearity over the range of 7.9-196.5 mg·L<sup>-1</sup> ( $r = 0.9999$ ). The average recovery was 99.06% with RSD of 1.54%. **Conclusion:** The method is simple, accurate and reliable. It can be used for the quality control of Zhongfenghuichun Capsule.

**[Key words]** Zhongfenghuichun Capsule; salviandic acid B; HPLC; content determination

中风回春胶囊是由丹参、当归、川芎等多味中药经提取精制而成的现代复方制剂, 具有祛瘀止痛、活

血通经、清心除烦的功效, 现行标准无含量测定项, 目前对中风回春胶囊制剂的质量控制, 有以测定阿

**[收稿日期]** 20120929(006)

**[第一作者]** 李小妹, 执业药师, 从事药品质量研究, Tel:020-85801066, E-mail:xiaomei0735@yahoo.com.cn

**[通讯作者]** \* 于定荣, 博士, 助理研究员, 从事中药制剂与炮制研究, Tel:13436821953, E-mail:yudingrong0826@sina.com

[8] 徐国钧. 中药材粉末显微鉴定[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986: 378.

[9] 张可锋, 李明. 白牵牛的生药鉴别研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(2): 137.

[10] 蒋佳雯, 徐文芬, 杨亮, 等. 秋海棠属药材的质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(1): 40.

[11] 苏亦用, 郭巧玲, 田素英, 等. 金樱根质量标准研究

[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(15): 109.

[12] 景佳麟, 高慧敏, 李娆娆, 等. 关于完善《中国药典》2010年版炒槐花质量标准的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(7): 88.

[13] 高艳珍, 付素霞. 芫花及其伪品黄芫花的鉴别[J]. 中草药, 1997, 28(5): 297.

[责任编辑 仝燕]

魏酸含量<sup>[1]</sup>、丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>含量的报道<sup>[2]</sup>,但该复方制剂含有多种有效成分,若仅以某一种有效成分为指标进行质量控制显然不足。对中药及其复方制剂进行质量控制的方法有很多<sup>[3-7]</sup>,为了更好地控制其质量,本文建立了高效液相色谱法测定制剂中丹酚酸B含量的方法,可用于中风回春胶囊的质量控制。

## 1 材料

Agilent 1100 LC型高效液相色谱仪(G1315B DAD检测器,安捷伦科技有限公司),TG328A型电子分析天平(北京赛多利斯),KQ5200B型超声波清洗仪器(昆山市超声仪器有限公司)。丹酚酸B对照品(批号111562-200807)由中国药品生物制品检定所提供,供含量测定,中风回春胶囊为本公司生产(批号200911001,200910001,200910002),乙腈为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 采用Phenomenex C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相乙腈-1%甲酸溶液(40:60),流速1 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长286 nm,柱温30℃,进样量10 μL。按上述色谱条件测定,理论板数按丹酚酸B峰计算不低于2 000。

### 2.2 溶液的制备

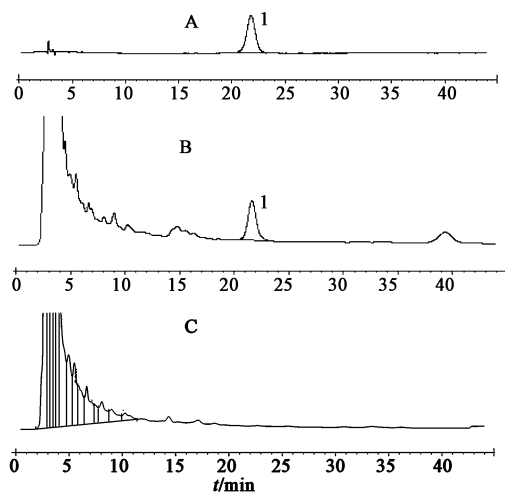
**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取丹酚酸B对照品适量,加流动相溶解制成每1 mL含丹酚酸B 60 μg的溶液。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取本品约0.5 g,研细,精密称定,置量瓶中,加入适量流动相,超声处理30 min,取出,放至室温,以流动相定容至刻度,摇匀,过滤,弃去初滤液,取续滤液,0.45 μm微孔滤膜滤过,即得。

**2.3 线性关系考察** 取丹酚酸B对照品适量,精密称定,用流动相作为溶剂,分别制成含丹酚酸B 7.9,19.6,39.3,78.6,157.2,196.5 mg·L<sup>-1</sup>的溶液,并按2.1项下色谱条件进行测定。以丹酚酸B质量浓度X为横坐标,丹酚酸B色谱峰的峰面积Y为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y = 21\ 143X - 8.928\ 4$  ( $r = 0.999\ 9$ ),表明丹酚酸B在7.9~196.5 mg·L<sup>-1</sup>与峰面积呈良好线性关系。

**2.4 阴性对照试验** 按处方比例自制缺丹参的阴性样品,按2.2.2项下供试品溶液的制备方法制得空白溶液。取对照品溶液、供试品溶液、空白溶液按照2.1项下色谱条件测定,结果在与丹酚酸B对照品保留时间相应的位置无色谱峰出现,表明处方中

其他药味对丹酚酸B的测定无干扰。见图1。



A. 对照品; B. 样品; C. 阴性; 1. 丹酚酸B

图1 中风回春胶囊的HPLC

**2.5 精密度试验** 精密吸取2.2.2项下同一供试品溶液,连续进样测定6次,结果丹酚酸B峰面积的RSD 0.92%,表明仪器精密度良好。

**2.6 重复性试验** 精密称取同一批号的样品6份,按2.2.2项下供试品溶液的制备方法,制得供试品溶液,按2.1项下色谱条件测定,结果测得制剂丹酚酸B的平均含量为3.92 mg·g<sup>-1</sup>,RSD 1.05%,表明本法重复性良好。

**2.7 稳定性考察** 取2.2.2项下同一份供试品溶液,自配制后分别在0,2,4,6,8,24 h测定峰面积值,结果丹酚酸B峰面积的RSD 1.3%,表明供试品溶液在配制后24 h内基本稳定。

**2.8 加样回收试验** 精密称取一定量的已知丹酚酸B含量的样品,共6份,分别加入一定量的丹酚酸B对照品,按2.2.2项下方法制备,按2.1项下条件测定丹酚酸B含量,结果丹酚酸B的平均回收率为99.06%,RSD 1.54%。结果见表1。

表1 丹酚酸B加样回收试验

No.	取样量 /g	样品 含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	0.250 1	0.980	1.900	97.87	99.06	1.54
2	0.250 4	0.982	1.920	99.79		
3	0.250 6	0.982	1.890	96.59		
4	0.251 3	0.985	1.930	100.53		
5	0.251 4	0.985	1.925	100.00		
6	0.247 1	0.969	1.905	99.57		

注:对照品加入量均为0.94 mg。

**2.9 丹酚酸 B 含量测定**<sup>[8-9]</sup> 取 3 个批号的样品, 分别按 2.2.2 项下供试品溶液的制备方法, 制备得各供试品溶液, 按 2.1 项下色谱条件测定, 结果 3 批供试品中丹酚酸 B 含量为 2.14, 1.90, 2.16 mg/粒。

### 3 讨论

**3.1 提取方法的选择**<sup>[10]</sup> 超声提取优于加热提取, 丹酚酸 B 含量要高, 故选择流动相作为提取溶剂, 超声处理的方法。待测成分丹酚酸 B 提取完全, 且样品溶液澄清透明, 利于进样分析。

**3.2 波长的选择** 对丹酚酸 B 对照品溶液进行紫外光谱扫描, 结果显示丹酚酸 B 在 230, 286 nm 波长处有最大吸收, 因在 230 nm 波长下测定干扰较大, 结合《中国药典》<sup>[11]</sup>2010 年版一部“复方丹参片”丹酚酸 B 的含量测定方法, 选择 286 nm 为检测波长。

**3.3 质量标准含量限度的制定** 由表 2 可知, 3 批中风回春胶囊中丹酚酸 B 的含量分别为 2.14, 1.90, 2.16 mg/粒(0.5 g/粒)。结合上述 3 批样品的平均含量, 暂定其限度为每粒含丹酚酸 B 应不低于 1.5 mg。其中批号 200910001 含量为 1.90 mg/粒, 与其他两批数据有所差异, 主要由不同批次在生产过程中的损耗不同及丹参药材的质量差异所致。由于中药制剂在实际含量控制中没有上限规定, 故含量限度暂定为每粒含丹酚酸 B 应不低于 1.5 mg。

### [参考文献]

[1] 雷亚贤, 王巧灵, 高祥祥, 等. HPLC 测定中风回春胶囊中阿魏酸的含量[J]. 现代中药研究与实践, 2007, 21(1):49.

- [2] 王晓红. 薄层扫描法测定中风回春胶囊中丹参酮 II A 含量[J]. 江苏中医药, 2003, 24(5):45.
- [3] 秦泗涟, 马利华, 贾晓斌, 等. 桂枝茯苓方物质基础及其制剂质量控制模式研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(13):270.
- [4] 裘兰兰, 李明明, 陈丽娟, 等. 红外光谱法在药物定量分析中的应用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(18):272.
- [5] 苏松柏, 张永萍, 张丽丽, 等. 拉曼光谱在中药质量控制中的应用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(8):284.
- [6] 何佩雯, 赵海誉, 杜刚, 等. 气相色谱技术在中药农药残留检测中的应用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(2):126.
- [7] 王永利, 张江伟, 王利华, 等. 荧光分析法在药物分析中的应用研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(12):253.
- [8] 李俊芳, 崔雅慧, 郑艳春, 等. HPLC 测定蚁参薏痹胶囊中酚酸 B 的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(18):103.
- [9] 闫春风, 徐晓伟, 李君, 等. HPLC 测定柴芩软胶囊中葛根素的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(18):98.
- [10] 陈宇, 赵芝兰, 朱河水. 不同提取方法对复方丹参片中丹参酮 II<sub>A</sub> 和丹酚酸含量测定的影响[J]. 中国农学通报, 2007, 23(5):134.
- [11] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社, 2010:70.

[责任编辑 顾雪竹]

## 欢迎订阅 2013 年《中国中医药信息杂志》

《中国中医药信息杂志》是由国家中医药管理局主管、中国中医科学院中医药信息研究所主办的中医药学术期刊。本刊立足于行业报道的前沿, 关注相关的政策动态, 跟踪报道中医药重大课题, 及时分析报道中医药的新政策、新技术、新发明、新成果、新疗法, 努力使信息的选择与表达方式能够充分体现中医药发展水平, 为广大读者提供一流的信息服务。

《中国中医药信息杂志》1994 年创刊, 2002 年, 被中国科学技术信息研究所的“中国科技论文统计源期刊”收录, 成为中国科技核心期刊。随着期刊影响力的不断提升, 已被波兰《哥白尼索引》、美国《化学文摘》、美国《乌利希期刊指南》、《世界卫生组织西太平洋地区医学索引》及英国《农业与生物科学研究中心文摘》、英国《全球健康》等国际检索系统收录。

《中国中医药信息杂志》是中医药行业一本独具特色的学术期刊, 其内容较全面地反映了我国中医药发展水平。主要栏目有: 中医动态、中医药发展论坛、专题论坛、改革与管理、中医药信息学、研究与进展、论著、实验研究、流行病学调查、质量标准研究、制剂与工艺、中药研究与开发、临床报道、专家经验、临证心得、思路与方法、中医教育、医院药学等。

《中国中医药信息杂志》为月刊, 大 16 开国际开本, 112 页, 国内外公开发售, 每册定价 10 元, 全年 120 元。国内邮发代号: 82-670; 国外代号: M4564。也可直接汇款至本刊编辑部订阅。地址: 北京市东直门内南小街 16 号《中国中医药信息杂志》编辑部 邮编: 100700 电话: 010-64014411-3278 E-mail: Lxx@mail.cintcm.ac.cn