

# HPLC 测定市售丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub>

曾振兴<sup>1</sup>, 杨菲<sup>2,3,4</sup>, 冯伟红<sup>2,3\*</sup>

(1. 贵阳中医学院, 贵阳 550001; 2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700;  
3. 中药质量控制技术国家工程实验室, 北京 100700; 4. 天津中医药大学, 天津 300193)

**[摘要]** 目的: 建立用 HPLC 法测定市售丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 含量的方法, 制定丹参饮片的含量限度。方法: 色谱柱采用 Kromasil C<sub>18</sub>, 以甲醇-水 (75:25) 为流动相, 检测波长为 270 nm。结果: 丹参酮 II<sub>A</sub> 在 0.016 ~ 0.16 μg 线性良好 ( $r = 0.9999$ ), 回收率为 101.1% (RSD 0.869%,  $n = 6$ )。结论: 方法简便, 结果准确。

**[关键词]** 高效液相色谱法; 丹参酮 II<sub>A</sub>; 丹参; 市售饮片; 含量测定

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2011)16-0086-03

丹参具有祛瘀止痛、活血通经、清心除烦的功效<sup>[1]</sup>, 是治疗心脑血管疾病的传统中药。现代研究发现丹参的化学成分主要有脂溶性及水溶性成分两大类, 脂溶性成分主要为邻醌型的丹参酮类二萜化合物, 如丹参酮 I (tanshinone I)、丹参酮 II<sub>A</sub> (tanshinone II<sub>A</sub>)、丹参酮 II<sub>B</sub> (tanshinone II<sub>B</sub>)、隐丹参酮 (cryptotanshinone)、二氢丹参酮 I (dihydroxytanshinone I)、紫丹参甲素 (przewaquinone A) 等<sup>[2-3]</sup>。水溶性成分主要为酚酸性化合物, 如丹参素、原儿茶醛、丹酚酸 B 等<sup>[4-5]</sup>。丹参酮 II<sub>A</sub> 是丹参中的主要的脂溶性成分, 2010 年版《中国药典》中仅对丹参药材中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量进行了限定, 但是并未制定丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量限度。为了弥补药典的空白, 我们收集了的不同来源的丹参饮片, 并制定了丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量限度。

## 1 仪器与试剂

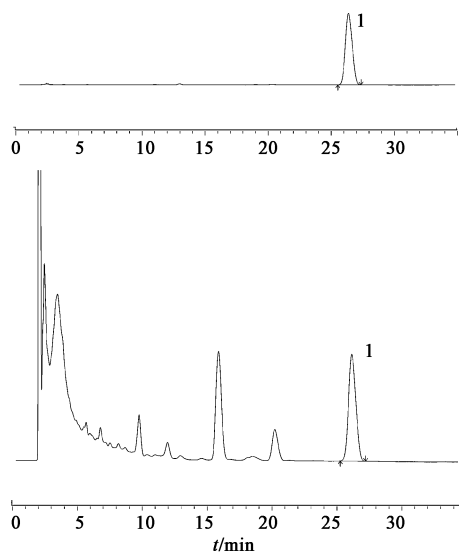
**1.1 仪器** Shimadzu LC20A 型高效液相色谱仪, LC-20AT 型溶液传输单元, SIL-20A 自动进样器, SPD-M20A 二极管阵列检测器, LC Solution 色谱工作站。

**1.2 试剂** 丹参酮 II<sub>A</sub> 对照品 (批号 0766-9909), 购自中国药品生物制品检定所; 市售丹参饮片分别

购自各地药材零售商店, 经中国中医科学院中药研究所何希荣主管药师鉴定为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根及根茎。甲醇为色谱纯 (Fisher)、水为娃哈哈纯净水, 其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Kromasil C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水 (75:25), 检测波长 270 nm, 柱温 35 °C, 进样量 10 μL。理论板数按丹参酮 II<sub>A</sub> 色谱峰计算不低于 4 000。在上述色谱条件下丹参酮 II<sub>A</sub> 与其他成分分离良好。见图 1。



A. 对照品; B. 样品; 1. 丹参酮 II<sub>A</sub>

图 1 市售丹参饮片 HPLC 色谱

**2.2 对照品溶液的制备** 取丹参酮 II<sub>A</sub> 对照品适量, 精密称定, 置具塞量瓶中, 加甲醇制成每 1 mL 含丹参酮 II<sub>A</sub> 8 μg 的溶液, 即得。

**[收稿日期]** 2011-03-23

**[第一作者]** 曾振兴, 讲师, 从事中药商品的质量鉴别, Tel: 13985517240, E-mail: 26901840@qq.com

**[通讯作者]** \* 冯伟红, 副研究员, 从事分析化学, Tel: 010-84042451, E-mail: weihong\_bj@126.com

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品粉末(过三号筛)约0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25 mL,称定质量,加热回流1 h,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

#### 2.4 方法学考察

**2.4.1 线性关系考察** 分别精密吸取丹参酮II<sub>A</sub>对照品混合溶液2,4,6,8,10 μL,在上述色谱条件下进样,测定峰面积,以对照品量为自变量,峰面积为因变量,得回归方程分别为 $Y = 51\ 842.11X - 4\ 291.86$  ( $r = 0.999\ 9$ ),表明丹参酮II<sub>A</sub> 0.016 ~ 0.16 μg 线性关系良好。

**2.4.2 精密度试验** 取同一份市售丹参饮片的供试品溶液,连续进样7次,结果丹参酮II<sub>A</sub>峰面积积分值的RSD为0.27%,表明仪器的精密度良好。

**2.4.3 稳定性试验** 按供试品溶液的制备方法制

备供试品溶液,分别于供试品溶液配制后第0,2,4,8,12,24 h注入液相色谱仪进行测定,丹参酮II<sub>A</sub>峰面积积分值的RSD为0.41%,结果表明供试品溶液在24 h内稳定。

**2.4.4 重复性试验** 取同一批市售丹参饮片,按“供试品溶液制备方法”平行制备6份供试品溶液,注入液相色谱仪,分别测定样品含量,结果RSD为0.35%,表明样品制备方法的重复性良好。

**2.4.5 回收率测定** 取已知含量的市售丹参饮片0.1 g,平行6份,精密称定,分别加入0.008 16 g·L<sup>-1</sup>丹参酮II<sub>A</sub>的对照品的溶液25 mL,按“供试品溶液制备方法”制备供试品溶液,依法测定,计算回收率。结果丹参酮II<sub>A</sub>的平均回收率( $n=6$ )为101.1%,RSD为0.869%,表明方法的准确度良好。见表1。

表1 丹参酮II<sub>A</sub>加样回收率试验

No.	样品中含量/mg	测得量/mg	加入量/mg	检出量/mg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
1	0.195 8	0.403 2	0.204 0	0.207 4	101.7		
2	0.195 8	0.400 7	0.204 0	0.204 9	100.4		
3	0.195 8	0.401 7	0.204 0	0.205 9	100.9	101.1	100.2
4	0.195 8	0.405 3	0.204 0	0.209 5	102.7		
5	0.195 8	0.401 1	0.204 0	0.205 3	100.6		
6	0.195 8	0.400 8	0.204 0	0.205 0	100.5		

**2.4.6 样品测定结果** 分别精密称取31批不同市售丹参饮片样品0.2 g,平行两份,按“供试品溶液

制备方法”制备供试品溶液,测定峰面积,并计算含量,结果见表2。

表2 市售丹参饮片中丹参酮II<sub>A</sub>含量

No.	样品来源	含量	No.	样品来源	含量
1	黑龙江东北大药房	0.089	17	河北同济大药房	0.110
2	黑龙江	0.070	18	河北医药公司	0.094
3	西藏	0.075	19	河北赵县	0.089
4	新疆	0.054	20	河南中医学院一附院	0.086
5	广东	0.055	21	江苏泰兴	0.170
6	云南昆明一心堂	0.12	22	云南昆明福林堂和乐	0.096
7	山西药材公司	0.049	23	云南昆明圣爱中医院	0.120
8	上海	0.085	24	山东	0.083
9	天津源盈药房	0.074	25	山西华龙药店	0.041
10	安徽康恩	0.073	26	山西惠民药店	0.140
11	广东中山家康大药房	0.065	27	辽宁沈阳(山东)	0.063
12	广东广州(甘肃)	0.140	28	苏江粤海大药房	0.072
13	广东广州康美	0.036	29	江苏苏州雷允上	0.064
14	广东广州市岭南	0.087	30	新疆健康大药房	0.170
15	河北神威	0.069	31	北京东直门医院	0.098
16	河北	0.270			

# HPLC 测定热毒平颗粒中木犀草苷的含量

盛晓静, 刘薇

(江西省九江市食品药品检验所, 江西 九江 332000)

**[摘要]** 目的: 研究热毒平颗粒中木犀草苷的含量测定方法。方法: 采用 HPLC 梯度洗脱法。色谱柱为 Thermo Hypeisil GOLD (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以乙腈-0.5% 冰醋酸水溶液为流动相, 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 30 °C; 检测波长 350 nm。结果: 木犀草苷在 0.034 7~0.694 μg 呈良好的线性关系 ( $r=0.999\ 9$ ), 平均回收率为 99.3%, RSD 为 0.5%。结论: 所建立的方法能准确可靠地进行定量检测, 可有效地控制制剂质量。

**[关键词]** 热毒平颗粒; 木犀草苷; 含量测定; 高效液相色谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)16-0088-03

## Determination of Luteoloside in Reduping Granules by HPLC

SHENG Xiao-jing, LIU Wei

(Jiujiang Institute for Food and Drug Control, Jiujiang 332000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study the method of determining luteoloside in Reduping Granules. **Method:** The content of luteoloside in Reduping Granules was determined on an Thermo Hypeisil GOLD column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) eluted with acetonitrile and water containing 0.5% glacial acetic acid as mobile phases in gradient mode. The flow rate was kept at 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, and the column temperature was set at 30 °C. The UV detector wavelengths were at 350 nm. **Result:** Luteoloside was linear in the range of 0.034 7-0.694 μg ( $r=0.999\ 9$ ). The average recovery was 99.3% and RSD was 0.5%. **Conclusion:** The established method is accurate and

**[收稿日期]** 20110321(011)

**[第一作者]** 盛晓静, 副主任中药师, 从事中药材及中成药的质量分析, Tel: 13970200789, E-mail: wm667788@163.com

### 3 讨论

从 31 批丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量测定结果可以看出, 除河北省售饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量大于药典规定的丹参药材含量限度外, 其余 30 批样品含量均远远小于药典规定的丹参药材含量限度, 因此为保证药效, 有必要对丹参饮片单独制定含量限度。

从含量测定结果还可以看出, 丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量在 0.036% ~ 0.27% 内波动, 如果取丹参酮 II<sub>A</sub> 平均含量 (0.09%) 的 80% (0.07%) 作为丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 的最低含量限度将有近 40% 批次的饮片含量不合格, 显然不合理, 因此去掉 2 个含量最低值后, 将剩余批次饮片中最低含量的 80%

定为丹参饮片的含量限度, 即暂定丹参饮片中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量不得低于 0.04%。

### [参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010:70.
- [2] 孔德云, 刘星塔. 丹参化学成分的研究[J]. 上海第一医学院学报, 1983, 10(4):313.
- [3] 刘艳华, 赵陆华, 黄剑, 等. 丹参 HPLC 指纹图谱的研究[J]. 中国药科大学学报, 2002, 33(2):127.
- [4] 叶勇. 丹参有效成分分离的研究进展[J]. 药品评价, 2005, 2(2):146.
- [5] 艾青. 丹参化学成分及药理作用[J]. 中华医学杂志, 2003, 10(9):847.

[责任编辑 蔡仲德]