

芪参玉液胶囊中丹酚酸 B 的含量测定

丁菊英^{1,2*}, 张典瑞¹

(1. 山东大学药学院, 山东 济南 250012; 2. 胜利油田中心医院药剂科, 山东 东营 257034)

[摘要] 目的:建立芪参玉液胶囊中丹酚酸 B 含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法,色谱柱:Hypersil ODS C₁₈ (5 μm, 4.6 mm × 250 mm);流动相:甲醇-乙腈-甲酸-水(30: 10: 1: 59)。检测波长:286 nm;流速:1.0 mL · min⁻¹。结果:丹酚酸 B 的回收率为 98.60%, RSD 为 1.09% (n=6)。结论:该方法简便、准确、可靠,适用于芪参玉液胶囊中丹酚酸 B 的含量测定。

[关键词] 丹酚酸 B; 高效液相色谱法; 芪参玉液胶囊; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)01-0035-02

芪参玉液胶囊由黄芪 20 g, 丹参 12 g, 葛根 12 g, 知母 12 g, 山药 12 g, 天花粉 12 g, 生地黄 12 g, 五味子 9 g, 鸡内金 9 g 组成, 具有补脾固肾, 滋阴清热、润燥止渴的功效, 临床上可用于消渴等症。为了更好地控制其内在质量, 选择处方中的丹参作为研究对象, 采用高效液相色谱法, 对其水溶性活性成分丹酚酸 B 进行含量测定, 为完善该制剂的质控标准提供方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 高效液相色谱仪(美国 Waters, 515-717-2487); 超声清洗仪 HIV-1006(华南超声设备); 电子天平 Mettler AE240; 0.45 μm 微孔滤膜(上海半岛实业有限公司净化器材)。

1.2 试剂 丹酚酸 B 对照品(中国药品生物制品检定所, 编号:111562-200302); 芪参玉液胶囊(本院中药制剂室制备), 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1] 色谱柱: Hypersil ODS C₁₈ (5 μm, 4.6 mm × 250 mm); 流动相: 甲醇-乙腈-甲酸-水(30: 10: 1: 59)。检测波长: 286 nm; 流速: 1.0 mL · min⁻¹; 柱温: 35 °C。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取丹酚酸 B 对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含丹酚酸 B 30 μg 对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 将装量差异项下的本品内容物研细, 取约 1 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中,

加 75% 甲醇 40 mL, 超声处理 30 min, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

2.4 线性关系考察^[2] 精密称取丹酚酸 B 对照品 5.82 mg, 加甲醇定容至 100 mL, 取 5 mL 稀释至 10 mL, 分别吸取 5, 10, 15, 20, 25 μL, 注入高效液相色谱仪, 测其峰面积积分值, 以峰面积为纵坐标, 浓度为横坐标, 计算回归方程。结果: $Y = 1.36 \times 10^6 X + 2.80 \times 10^4$, $r = 0.99997$ 。结果表明进样量在 0.145 5 ~ 0.727 5 μg 范围内, 进样量与峰面积积分值呈良好的线性关系。

2.5 阴性对照试验 按处方制备不含丹参药材的样品, 依照 2.3 项下方法制成阴性样品溶液。取供试品溶液、阴性样品溶液、对照品溶液按上述色谱条件进行测定, 结果表明其他成分对供试品中丹酚酸 B 测定无干扰。见图 1。

2.6 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 μL, 连续进样 5 次, 结果 RSD 小于 2%, 表明精密度良好。

2.7 稳定性试验 取供试品溶液, 在 12 h 内分别进样 5 次(0, 2, 4, 8, 12 h), 测定峰面积值, 结果 RSD 小于 2%, 表明供试品溶液在 12 h 内稳定性较好。

2.8 重复性试验 取同一批号样品(070812)按 2.3 项下供试品溶液制备方法, 平行制备 5 份供试品溶液, 分别进样 10 μL, 按上述色谱条件操作, 测定结果 RSD 小于 2%, 表明此方法重复性较好。

2.9 回收率试验 取批号为 070812 的样品 0.5 g, 共 6 份, 分别加入丹酚酸 B 对照品 0.50, 1.00, 1.50 mg, 按 2.3 项下方法, 平行制备 6 份供试品溶液, 分

[收稿日期] 2009-09-17

[通讯作者] * 丁菊英, Tel: (0531) 82837176

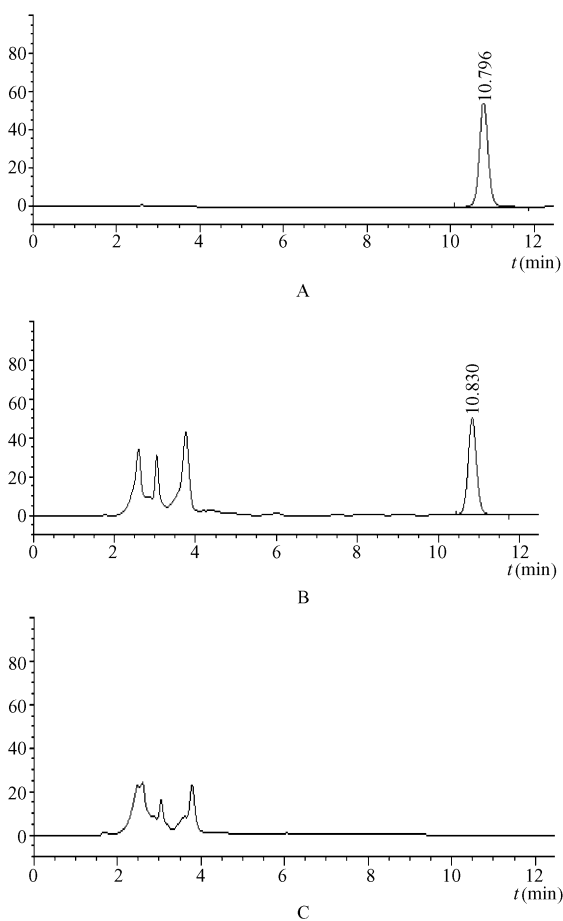


图 1 高效液相色谱图

A. 丹酚酸 B 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照品

表 1 回收率试验

编号	取样量 (g)	样品中的含量 (mg)	加入对照品的量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.501 1	0.742	0.50	1.228	98.87	98.16	1.09
2	0.500 9	0.741	0.50	1.221	98.39		
3	0.510 1	0.755	1.00	1.750	99.72		
4	0.500 4	0.741	1.00	1.705	97.93		
5	0.515 5	0.763	1.50	2.189	96.73		
6	0.508 6	0.753	1.50	2.193	97.34		

别进样 10 μL, 测定, 计算出回收率。结果见表 1。试验结果表明该方法回收率良好。

2.10 样品的含量测定 精密称取芪参玉液胶囊, 按上述供试品制备方法测定, 吸取 10 μL 注入色谱柱中, 依法按上述色谱条件测定, 结果见表 2。

表 2 样品中丹酚酸 B 含量测定 (mg/粒)

批号	丹酚酸 B 含量		丹酚酸 B 平均含量
	1	2	
070206	0.508	0.510	0.51
070808	0.492	0.490	0.49
071022	0.525	0.529	0.53
071136	0.481	0.484	0.48
080125	0.537	0.542	0.54

根据测定结果, 含量限度暂定为: 本品每粒含丹参以丹酚酸 B (C₃₆H₃₀O₁₆) 计, 不得少于 0.40 mg。

3 讨论

丹参水溶性成分丹酚酸 B 为酚酸类结构, 呈酸性, 流动相中加入少量酸, 抑制酸性物质的离解, 样品采用超声、冷浸、微波、热提进行提取, 结果表明: 经 75% 甲醇、超声提取 30 min、0.45 μm 微孔滤膜处理后的样品在甲醇-乙腈-甲酸-水 (30: 10: 1: 59) 条件下, 样品各成分色谱峰基本能分开, 可用于对本品的质量评价与控制。

[参考文献]

- [1] 徐天生, 陈兴兴, 江莉华, 等. 高效液相色谱测定丹参中丹酚酸 B 含量的方法研究 [J]. 时珍国医国药, 2007, 18(6): 1395.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 [S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005: 527.