

高效液相色谱法测定宽心口服液中丹参素钠的含量

侯林中, 刘晓红*, 张熙洁
(唐山市工人医院, 河北 唐山 063000)

[摘要] 目的: 建立丹参素钠含量测定方法。方法: HPLC 法, 色谱柱为 SpherisorbC₁₈ (4.0 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-水-磷酸 (1: 30: 0.5); 检测波长为 280 nm; 柱温室温; 流速 1.2 mL·min⁻¹。结果: 丹参素钠含量在 (25~ 250) μg·mL⁻¹ 范围内具有良好的线性关系 ($r = 0.999 2$), 平均回收率为 99.21%, RSD 为 0.98%。结论: 该法简便、快速、准确、可用于宽心口服液的质量控制。

[关键词] 宽心口服液; 高效液相色谱法; 丹参素钠

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)10-0018-03

Determination the Content of Danshensu-Sodium in the Kuanxin Oral Liquor by HPLC

HOU Lin-zhong, LIU Xiao-hong*, ZHANG Xi-jie
(Tangshan Worker's hospital, Tangshan 063000, China)

[Abstract] **Objective:** An HPLC method was established for the determination of Danshensu-Sodium. **Method:** Using Spherisorb C₁₈ (4.0 mm × 250 mm, 5 μm) with the mobile phase consisting of acetonitrile-water-phosphoric acid (1: 30: 0.5); The detective wavelength was 280 nm; The column temperaure was ambient; The flow rate was 1.2 mL·min⁻¹. **Result:** The standard curve was liner with the range of 25~ 250 μg·mL⁻¹, $r = 0.999 2$. The average recovery was 99.21%, RSD 0.98%. **Conclusion:** The method is simple and rapid which can be used for the quality control of Kuanxin Oral Liquor.

[Key words] Kuanxin Oral Liquor; HPLC; Danshensu sodium

宽心口服液具有活血化瘀, 益气通络的功效。用于气虚血瘀, 脉络闭阻所致的胸痹, 心痛证。丹参为方中君药, 具有活血祛瘀 通经止痛之功。丹参素钠为丹参中主要活性成份之一, 为了更好的控制该药的质量, 本研究用 HPLC 法测定样品中的丹参素钠的含量, 方法简便、快速、准确。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪为美国 Waters 公司 2010 色谱管理系统, Waters510 泵, 996 二极管阵列紫外检测

器, 7725i 进样器。丹参素钠对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110855-200506); 宽心口服液(本院制剂室制备); 硅胶 G 板(青岛海洋化工厂); 乙腈为色谱纯(美国 TEDIA 公司); 水为注射用水; 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: SpherisorbC₁₈ (4.0 mm × 250 mm, 5 μm) (进口填料, 大连依利特) 柱; 流动相: 乙腈-水-磷酸 (1: 30: 0.5); 检测波长: 280 nm; 柱温: 室温; 流速: 1.2 mL·min⁻¹; 柱压: 3.9×10^3 PSI。保留时间: 10.4 min 左右。

2.2 实验方法^[1-4]

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取丹参素钠对

[收稿日期] 2008-03-03

[基金项目] 河北省科技局基金项目(03276196D-60)

[通讯作者] * 刘晓红, Tel: (0315) 3722435; E-mail: liuxiaohong@medmail.com.cn

照品适量,加 30% 甲醇溶解,配制成浓度为 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品贮备液。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密量取口服液 1 mL,置于 10 mL 容量瓶中,加适量 30% 甲醇振摇,用 30% 甲醇稀释至刻度,离心($1500 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$) 15 min,吸取上清液,用 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤,作为供试品溶液。

2.2.3 阴性样品溶液的制备 按照处方比例,称取缺少丹参的药材按照制备工艺制备口服液,精密量取 1 mL,按照供试品溶液的制备方法制备,作为阴性对照品溶液。

2.2.4 线性关系考察 精密吸取 50, 100, 200, 300, 400, 500 μL 上述贮备液,用 30% 甲醇分别定容于 1 mL 塑料离心管中,得 25, 50, 100, 150, 200, 250 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准对照品溶液,分别进样 20 μL ,在上述条件下测定,记录色谱图、峰面积值。并以峰面积(Y)对丹参素钠样品浓度 X ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 回归,得回归方程 $Y = 9.77 \times 10^3 X - 2.02 \times 10^4$, $r = 0.9992$ 。表明丹参素钠在(25~ 250) $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内峰面积与浓度之间呈良好的线性关系。色谱图见图 1。

2.2.5 精密度试验 取丹参素钠对照品溶液($50 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$),进样 5 次,进样量 20 μL ,按上述色谱条件测定,测得峰面积值,其相对标准偏差(RSD)为 0.87%。

2.2.6 稳定性试验 取供试品溶液,于 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 h 进样,进样量 20 μL ,按照已确定的色谱条件测得峰面积值。结果 $\text{RSD} = 1.13\%$,表明样品在 12 h 内稳定。

2.2.7 重复性试验 取同一批样品,精密量取 5 份(1 mL/份),同前述方法制备供试液,取 20 μL 进样,测定丹参素钠含量。结果表明:丹参素钠平均含量为 $1.30 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, $\text{RSD} = 0.91\%$,表明本品含量测定方法重复性较好。

2.2.8 回收率试验 精密量取批号为 060910 的样品液(丹参素钠含量为 $1.3108 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 1 mL,分别精密加入丹参素钠对照品贮备液($500 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 0.5, 1, 1.5 mL,混匀后按供试品项下制备供试品溶液,取 20 μL 进样,按上述色谱条件测定,计算回收率。结果见表 1。

2.2.9 样品测定 量取 5 个批号的宽心口服液样品,按供试品溶液制备方法制备溶液,经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤后,进样 20 μL ,按上述色谱条件测定,计

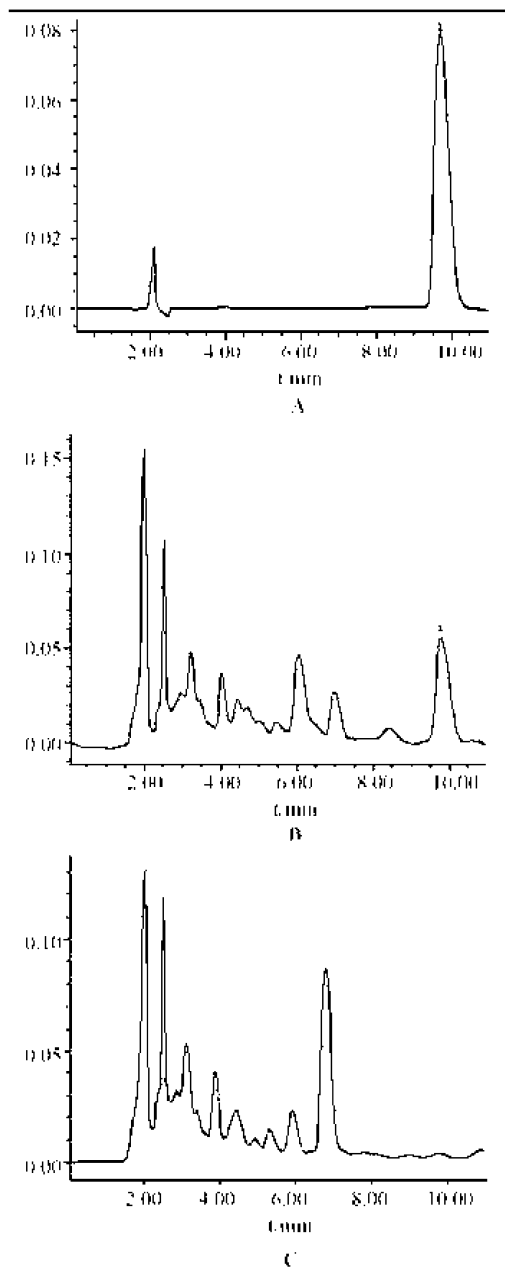


图 1 高效液相色谱图

A. 对照品; B. 样品; C. 阴性样品; 1. 丹参素钠

表 1 回收率试验结果

样品中丹参素钠含量(mg)	丹参素钠加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1.3108	0.25	1.5569	98.44		
1.3108	0.25	1.5548	97.60		
1.3108	0.50	1.8089	99.62	99.21	0.98
1.3108	0.50	1.8102	99.88		
1.3108	0.75	2.0611	100.04		
1.3108	0.75	2.0584	99.68		

算样品中丹参素钠的含量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

批号	丹参素钠含量($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)	平均值($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)
060910	1.3108	1.30
060915	1.2896	
061012	1.2983	
061028	1.3021	
061105	1.3151	

3 讨论

在测定含量时,曾经采用流动相为甲醇-0.5%冰乙酸溶液,并根据文献调整比例 1:6.1:8.1:10.1:12,结果丹参素钠峰与其他成份色谱峰分离不佳。后改用现在的流动相:乙腈-水-磷酸(1:30:0.5),丹参素钠色谱峰能够与其他色谱峰完全分离。通过方法学考察,本法简便,可靠,重复性好,为宽心口服液

的质量标准提供了依据。

[参考文献]

- [1] 贾晓斌,陈彦,施亚芳,等. HPLC 法测定丹参配方颗粒中丹参素的含量[J]. 现代中药研究与实践, 2003, 17(3): 43-44.
- [2] 梁秋文,李书渊. HPLC 法测定精制冠心口服液中丹参素的含量[J]. 广东药学, 1999, 9(4): 31-32.
- [3] 严常开,苏伯萍,魏立兵,等. 高效液相色谱法测定丹参通脉口服液中丹参素含量[J]. 中国医院药学杂志, 2000, 20(10): 600-602.
- [4] 徐从云,沈向阳. HPLC 法测定祛斑颗粒中丹参素的含量[J]. 中国新药杂志, 2002, 11(3): 222-223.