

高效液相色谱法测定消塞分散片中丹参酮ⅡA的含量

叶英响(浙江省义乌市中心医院,浙江 义乌 322000)

摘要:目的 建立消塞分散片的含量测定方法。方法 采用 HPLC 法,HP1100 高效液相色谱仪(包括岛津 3101 紫外可见分光光度计,SB2200 超声波清洗器);流动相:甲醇-水(75:25),流速:1.0mL/min,检测波长 270nm,进样量 10 μ L。结果 丹参酮ⅡA 的含量在 0.98 μ g~19.6 μ g 范围内呈现良好的线性关系,回收率为 98.73%($n=6$),RSD 为 1.63%,结论 该方法操作简单,结果准确,可用于消塞分散片的质量控制。

关键词:消塞分散片;丹参酮ⅡA;高效液相色谱法

中图分类号:R917.730.1

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2006)07-0662-02

消塞分散片由丹参、泽兰、红花、赤芍、黄柏、等中药组成,是杭州银珂达医药科技有限公司在研新药;具有理气活血,通经散结。用于预防和治疗前列腺炎,尿频,尿潴留等。为有效控制该产品的质量,笔者采用高效液相色谱法对丹参酮ⅡA 的含量进行测定。收效良好。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

HP1100 高效液相色谱仪系列。

1.2 试剂

丹参酮ⅡA 对照品,批号 0766-9909 由中国药品生物制品检定所提供。供试品消塞分散片九批,批号为 030901,030902,030903,030904,030905,030906,031001,031002,031003 由杭州银珂达医药科技有限公司提供。甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余为分析纯。

2 方法学考察

2.1 检测波长的确定

丹参酮ⅡA 溶液在紫外分光光度计上的测定紫外光谱图,结果在波长 222.8nm,251.8nm,268.2nm 处有最大吸收,由于在 268.2nm 处的吸收系数较其他两处大,并且 2000 年版药典一部中丹参药材和复方丹参片的含量测定也是以丹参酮ⅡA 含量为指标,其检测波长为 270nm,故选择末端吸收波长为 270nm,作为本品的检测波长。

2.2 色谱条件与系统适用性试验

参考 2000 年版药典一部中丹参药材和复方丹参片中丹参酮ⅡA 含量测定的色谱条件,采用如下色谱条件:Hypersil ODS₂C₁₈(5 μ m,4.6 $\times$ 200mm),流动相:甲醇-水(75:25);流速:1.0mL/min;检测波长 270nm,在此色谱条件下,供试品中

的丹参酮ⅡA 与其他杂质峰基本能达到基线分离,理论板数暂定应不低于 3000。

2.3 空白干扰试验

2.3.1 对照品、供试品及阴性对照溶液的制备 对照品溶液的制备:精密称取 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的丹参酮ⅡA 对照品适量,加甲醇制成每 1mL 含 10 μ g 的溶液,即得。供试品溶液的制备:取本品 10 片,精密称定研细,取 1.0g 精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25mL,密塞称定重量,超声处理 20min,放冷,密塞,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。阴性对照溶液的制备:按照处方比例称取除丹参以外的其他药品,按工艺制备缺丹参的阴性样品,再按供试品溶液的制备方法提取,定容后过滤,得阴性对照溶液。

2.3.2 空白干扰试验 吸收上述对照品,供试品及阴性对照溶液各 10 μ L,分别注入液相色谱仪,得液相色谱图,结果显示阴性对照图谱在对照品,供试品图谱中丹参酮ⅡA 峰相应的保留时间无其他峰干扰,表明选择性良好。

2.4 线性关系考察

精密称取 9.8mg 丹参酮ⅡA 对照品用甲醇定容成 500mL 浓度即为 19.6 μ g/mL,再用甲醇稀释成不同浓度:0.98,1.96,3.92,4.90,7.84,9.80,15.68,19.60 μ g/mL。精密吸取各浓度对照品溶液 10 μ L,分别注入高效液相色谱仪中,测定。以色谱峰面积(Y)为纵坐标,以浓度(X)为横坐标,得线性方程为: $Y=50.83854X+0.236516$, $r=0.99997$,其线性范围在 0.98 μ g/mL~19.6 μ g/mL 关系良好。

2.5 精密度考察

精密吸取供试品溶液(批号 020901),按以上色谱条件,

分别重复进样6次,测定峰面积为:225.67,218.93,217.71,217.97,225.10,226.32;其平均峰面积为221.95;RSD=1.87%($n=6$)。

2.6 重复性考察

精密称取(批号030901)6份,按正文方法制备供试品,精密吸取供试品溶液10 μ L,分别测定峰面积为28.07,28.95,29.34,29.16,28.91,27.64,28.68;RSD=2.34%($n=6$)

2.7 稳定性考察

取供试品(批号030901)按以上色谱条件,每隔一定时间进样1针,测定峰面积为:192.77,190.39,187.11,189.41,191.32,188.47,其平均峰面积为189.91,RSD=1.07%显示供试品溶液在室温下放置33h内基本稳定。

2.8 回收率试验

采用加样回收法,称取本品(批号030901)精密加入丹参酮IIA对照品溶液适量,按正文方法制备供试品6份,测定供试品中丹参酮IIA含量,计算回收率。结果显示平均回收率为98.73%,RSD=1.63%。

2.9 样品测定

按正文方法测定样品中丹参酮IIA的含量,结果见表1。

表1 样品中丹参酮IIA的含量

批号	含量		平均含量	批号	含量		平均含量
	μ g/片	μ g/片	μ g/片		μ g/片	μ g/片	μ g/片
030901	26.6	26.0	26.3	030906	16.8	16.5	16.6
030902	23.2	22.9	23.0	031001	19.3	19.3	19.3
030903	18.1	17.9	18.0	031002	20.7	20.1	20.4
030904	25.6	25.7	25.6	031003	18.6	18.3	18.4
030905	22.4	22.8	22.6	031004	18.3	19.0	18.6

3 小结与讨论

3.1 本文曾对提取方法,溶剂使用量,回流时间,超声时间等方法做过比较用乙醇超声提取效率较低,加热回流效率与用甲醇超声提取效率相比,由于加热回流效率较费时间故采用甲醇超声提取。

3.2 对超声提取的超声时间10,20,30min,提取率分别为27.5,30.15,30.23,超声20min已提取完全。

3.3 该方法操作相对简便,准确,具有良好的重现性与稳定性,故作为消塞通分散片的质量控制。

收稿日期:2006-05-10