

乌鸡白凤丸中丹参酮 II_A 的含量测定

★ 张婷婷 (江西南昌立健药业有限公司 南昌 330000)

关键词:乌鸡白凤丸;高效液相色谱法;含量测定;丹参酮

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

乌鸡白凤丸是当前市场上比较流行的一个品种,其生产厂家多达数十个,而中国药典只对其有三个鉴别项目。现采用 HPLC 法对乌鸡白凤丸中丹参的丹参酮 II_A 的含量进行控制,可以使其品种的质量得到更好的控制。

1 仪器和试剂

Water 510 HPLC 测定仪(美国);N2000 色谱数据处理软件。甲醇为色谱纯;水为注射用水;其他试剂均为分析纯。丹参酮 II_A 对照品(供含量测定用,中国药品生物制品检定所提供);乌鸡白凤丸水蜜丸(江西国药有限责任公司生产)。

2 色谱条件

C₁₈ 色谱柱,流动相为甲醇-水(7:3),检测波长为 269 nm,流速 0.9 ml/min。理论塔板数按丹参酮 II_A 峰计算不得低于 2000。

3 实验方法

3.1 对照品溶液的制备 精密称取丹参酮 II_A 对照品 2.04 mg,置 100 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 对照品溶液含丹参酮 II_A 20.4 μg)。

3.2 供试品溶液的制备 取乌鸡白凤丸小蜜丸样品 18 g,精密称定,加水 60 mL,室温使其充分溶散,加入硅藻土 6 g,摇匀,滤过,残渣用水 40 mL 洗涤,低温干燥,研成细粉,连同滤纸一并放入索氏提取器中,加氯仿溶液适量,静置 24 小时,连续回流 2 小时,取出,放冷,滤过,氯仿提取液低温回收氯仿至干,残渣加甲醇适量使溶解,定量转移至 50 mL 量瓶内,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

3.3 阴性对照试验 按处方比例制备缺丹参阴性空白样品 18 g,用供试品处理方法进行处理后进样,结果表明,丹参酮 II_A 与其他组分没有互相干扰,对样品测定没有影响。

3.4 线性试验 精密称取丹参酮 II_A 对照品溶液(102.6 μg/mL)1.5、9、13、17、20 mL 置 20 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,得浓度为 5.130、25.65、46.17、66.69、87.21、102.6 μg/mL 的丹参酮 II_A 对照品溶液,分别吸取上述 6 种溶液各 20 μL,注入液相色谱仪测定,以峰面积 A 为纵坐标,浓度 C 为横坐标,绘制标

准曲线,回归方程为 $A = 10\,235.1C + 879.2$,相关系数 $r = 0.999\,6$ 。结果表明,丹参酮 II_A 在 0.1026 ~ 20.52 mg 的浓度范围内线性关系良好。

3.5 重复性试验 取同一批号的乌鸡白凤丸水蜜丸,平行制备 6 份样品,按样品测定法测定,结果每 1 g 乌鸡白凤丸含丹参酮 II_A 平均值为 0.071 52 mg, RSD 为 1.37%。

3.6 精密度试验 精密吸取同一丹参酮 II_A 对照液(20.4 μg/mL)20 μL,注入液相色谱仪中,连续测定 6 次,测定峰面积值, RSD 为 1.52%。

3.7 加样回收率试验 按加样回收率试验的要求,精密称取乌鸡白凤丸供试品 6 份,分别加入丹参酮 II_A 对照品溶液 5 mL(20.1 μg/mL),按供试品方法制备成供试品溶液,依法测定,结果表 1。

表 1 乌鸡白凤丸中丹参酮 II_A 的回收率实验结果

样品称样量/g	样品含量/mg	测定量/mg	回收率/%	平均值
18.0102	1.284	1.382	96.1	96.3% RSD=1.57%
18.1508	1.293	1.392	97.1	
18.2183	1.298	1.395	95.1	
18.1803	1.295	1.392	95.1	
18.1359	1.292	1.391	97.1	
17.8930	1.275	1.374	97.1	

3.8 样品测定 精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL,注入高效液相色谱仪中测定。批号为 0308106、0308107、0308108 三批样品,其丹参酮 II_A 含量分别为:0.070 11、0.071 05、0.070 54 mg/g。

4 讨论

(1)由于丹参酮 II_A 对光、热敏感,易分解变质,提取过程中,回流时间不宜过长,同时,使用棕色瓶保存样品和对照品。

(2)本品采用水洗涤的方法除去蜂蜜,同时加入一定量的硅藻土,使滤过更加简便,同时低温干燥降低丹参酮 II_A 的损耗。

(3)该方法操作简单,精密,分离效果好,对于控制乌鸡白凤丸的含量有一定的意义。同时,中药乌鸡白凤丸中含有其他的一些成分对其测定的影响也将进一步考察。

(收稿日期:2003-10-21)