

图1 磷酸吡哆醛标准品及合成品的 DTA 图谱

1 - 磷酸吡哆醛合成粗品; 2, 4 - 磷酸吡哆醛合成精制品; 3, 5 - 磷酸吡哆醛标准品

2.2 从图1可以看出: 1号、2号、3号热谱曲线, 从开始到出现吸热峰之前, 曲线斜率平顺无热效应发生, 吸热峰形顺畅无明显肩峰。说明均不含结晶水。

2.3 1号曲线与2号曲线的样品是同一种物质, 即磷酸吡哆醛粗品及经纯化得到的精制品, 只是纯度有差异。因此, 根据热分析原理, 其热图谱上将对应地表现出异同, 即: 它们的热谱特征是一致的, 而出峰温度、峰的大小及峰面积会有些差异。

2.4 为了比较磷酸吡哆醛标准品及自己合成热谱曲线的相似性, 我们将2号、3号热谱曲线放在一起, 即成4号、5号曲线。经比较可以看出: 合成精制品与进口标准品的曲线走向、热谱特征均非常一致, 可以说明自己合成的产品即为磷酸吡哆醛, 合成

已经成功。根据上述2.3所述, 4号、5号热谱曲线的出峰温度、峰的大小、及峰面积有差异的原因, 是由于其纯度差异所致, 提示合成产品的纯度还需进一步提高。

应用差热分析方法对物质进行定性, 是热分析仪器最基本的功能。由于其具有简便、快速、准确的特点, 因此它已经成为新药研究、药物分析等药学领域中一种必不可少的仪器分析手段<sup>[1]</sup>。

#### 参考文献:

- [1] 林锦明, 张东春, 魏红, 等. 热分析技术在药学领域中的应用[J]. 第二军医大学学报, 2001, 22(11): 1043.

收稿日期: 2006-07-03

## 测定通脉灵片中丹参素含量

邢军, 李正国, 张中湖(济宁市药品检验所, 山东 济宁 272025)

**摘要** 目的: 建立通脉灵片中丹参素的含量测定方法。方法: 采用 Kromasil™ C<sub>18</sub> 柱(200 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-乙腈-0.045 mol/L 磷酸溶液(10:4:86), 检测波长 281 nm。结果: 丹参素的线性范围为 0.194 ~ 2.129 μg,  $r = 0.9998$ 。平均加样回收率为 99.56%, RSD 为 0.84% ( $n = 5$ )。结论: 该方法灵敏、简便、重现性好, 可用于该制剂的质量控制。

**关键词** 通脉灵片; 丹参素; 高效液相色谱法

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2007)01-0032-04

## Determination of the przewatanshinquinone in Tongmailing tablets

XING Jun, LI Zheng-guo, ZHANG Zhong-hu (Institute for Drug Control of Jining City, Jining 272025, China)

**ABSTRACT Objective:** To establish a HPLC method of the determination of the przewatanshinquinone in Tongmailing tablets. **Methods:** The determination was performed by Re-HPLC on Kromasil™ C<sub>18</sub> column (200 mm × 4.6 mm, 5 μm) using methanol-triethylamine-0.045 mol/L H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (10 : 4 : 86) as mobile phase, the detection wavelength was 281 nm. **Results:** The linear range of przewatanshinquinone was 0.194 ~ 2.129 μg, r = 0.999 8. The average recovery was 99.56%, RSD was 0.84% (n = 5). **Conclusion:** The method is sensitive, simple, and good reproducibility, which can be applied to the quality control of the preparation.

**KEY WORDS** Tongmailing tablets; przewatanshinquinone; HPLC

通脉灵片是由丹参、红花、郁金等八味药材制成的中药制剂,具有活血化瘀、通脉止痛等功效。临床用于心绞痛和心肌梗塞等症。现行标准中无含量测定项目,不能对制剂质量进行有效控制。通脉灵片中丹参为君药,丹参素和原儿茶醛是丹参 (*Radix Salviae miltiorrhizae*) 的主要有效成分,本实验参考有关文献<sup>[1-3]</sup>,优化了样品的处理方法和色谱分离系统,采用高效液相色谱法测定制剂中丹参素的含量,结果满意。

### 1 仪器与试剂

SP8800 高效液相色谱仪, SP200 紫外检测器, N2000 色谱数据工作站 (浙江大学智能信息工程研究所)。丹参素钠对照品 (含量测定用,批号:0855

-200102, 中国药品生物制品检定所); 通脉灵片 (济宁市中药厂,批号为 030212、030520、040525、040821、040923), 所用试剂均为分析纯。参照《中国药典》2005 年版复方丹参滴丸中丹参素钠与丹参素的换算关系, 1 mg 丹参素钠相当于丹参素 0.875 mg。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Kromasil™ C<sub>18</sub> 柱 (4.6 mm × 200 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-乙腈-0.045 mol/L 磷酸溶液 (10 : 4 : 86); 流速 1.0 mL/min; 检测波长 281 nm; 柱温 25 °C; 理论板数按丹参素峰计算应不低于 3 000, 样品中丹参素保留时间为 6.5 min。见图 1。

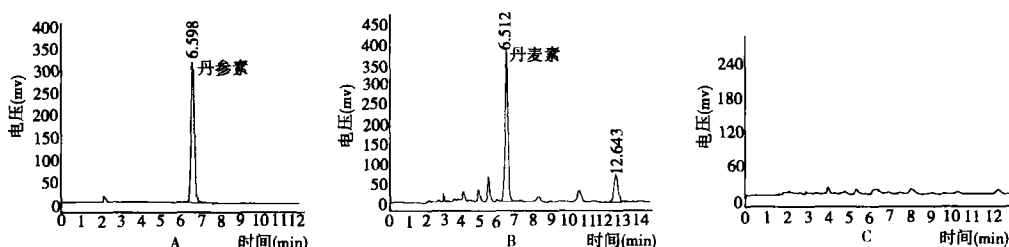


图 1 通脉灵片 HPLC 图谱

A - 丹参素对照品 (RT = 6.59 min); B - 样品; C - 阴性样品

**2.2 线性关系考察** 精密称取对照品丹参素钠 10.57 mg (相当于丹参素 9.249 mg), 置 10 mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备液。吸取丹参素钠对照品贮备液 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 按上述色谱条件, 进样 10 μL, 测定峰面积。以进样量 X (μg) 对峰面积 Y 作图, 进行回归分析。丹参素回归方程为:  $Y = 8\,636.581 + 1\,968\,423.068X$ ,  $r = 0.999\,8$ ; 丹参素线性范围 0.462 4 ~ 2.312 2 μg。

表 1 丹参素线性关系

对照品 (μg)	峰面积
0.462 4	922 890.188
0.924 9	1 807 844.500
1.387 3	2 743 823.300
1.849 8	3 689 379.250
2.312 2	4 533 561.000

**2.3 色谱分离条件和提取方法的选择** 采用不同比例甲醇-水、乙腈-水的酸性溶液进行试验, 结果发现酸性强度对色谱峰分离影响较大, 且甲醇酸性溶

液较乙腈酸性溶液分离效果好。在甲醇酸性溶液中加入4%乙腈后,丹参素和原儿茶醛两种成分能同时得到有效分离,改善了峰形,缩短分析时间,有效排除了其他成分的干扰。

曾分别对水、0.1 mol/L 盐酸溶液、不同浓度甲醇溶液、不同浓度乙醇溶液的提取效果进行比较,结果以实验所选用的方法简便,且提取效果好。

**2.4 阴性对照试验** 按处方比例及工艺制备不含丹参药材的样品。取约2.5 g,然后依照2.2项下方法制备阴性对照溶液。取阴性样品溶液、对照品溶液(每1 mL含丹参素钠0.1057 mg)各10  $\mu$ L,按上述色谱条件进行测定,结果阴性样品对样品测定无干扰。见图1。

**2.5 精密度试验** 精密吸取对照品溶液(每1 mL含丹参素钠0.1057 mg)10  $\mu$ L,连续进样6次,记录峰面积分别为 $1.823 \times 10^6$ 、 $1.808 \times 10^6$ 、 $1.836 \times 10^6$ 、 $1.812 \times 10^6$ 、 $1.790 \times 10^6$ 、 $1.817 \times 10^6$ 。丹参素平均峰面积为 $1.814 \times 10^6$ , $RSD=0.85\%$ ( $n=6$ )。

**2.6 重复性试验** 取同一批号样品(040923),按

供试品溶液制备方法制备5份供试液,按上述色谱条件分别进样。结果丹参素的含量分别为1.30、1.30、1.33、1.32、1.29 mg/g。其平均含量为1.31 mg/g, $RSD=1.26\%$ ( $n=5$ )。

**2.7 稳定性试验** 对同一供试品溶液(040923),分别在放置0、2、4、6、8 h后按上述色谱条件进样测定,测定丹参素峰面积分别为 $2.056 \times 10^6$ 、 $2.038 \times 10^6$ 、 $2.045 \times 10^6$ 、 $2.013 \times 10^6$ 、 $2.025 \times 10^6$ ,平均峰面积为 $2.035 \times 10^6$ , $RSD=0.83\%$ 。表明供试品溶液在8h内稳定。

**2.8 加样回收率试验** 精密称取对照品适量,配成每1 mL含丹参素钠1.60 mg(相当于丹参素1.40 mg)的甲醇溶液。精密吸取上述对照品溶液5份,每份1 mL,分别置具塞瓶中,挥干溶剂。取已知含量的同一批样品(040923)约1.25 g,精密称定,共5份,分别置上述具塞瓶中,按样品含量测定方法测定,计算回收率。丹参素平均回收率分别为99.56%, $RSD(n=5)$ 为0.84%。见表2。

表2 丹参素加样回收试验

样品含量(mg)	对照品加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)
1.643 5	1.40	3.026 4	98.78	
1.652 4	1.40	3.056 0	100.26	
1.633 3	1.40	3.021 7	99.17	99.56
1.639 2	1.40	3.048 2	100.64	
1.635 8	1.40	3.021 4	98.97	

## 2.9 样品测定

**2.9.1 对照品溶液的制备** 精密称取对照品丹参素钠约10 mg,置100 mL容量瓶中,加50%甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成每1 mL含丹参素钠0.10 mg(相当于丹参素0.0875 mg)溶液,作为对照品溶液。

**2.9.2 供试品溶液的制备** 取本品20片,除去包衣,精密称定,研细,混匀,取约2.5 g,精密称定,置具塞瓶中,精密加入水50 mL,称定重量,摇匀,超声处理50 min,放冷,再称定重量,用水补足减失的重量,摇匀,放置片刻,离心,精密吸取上清液25 mL,浓缩至干,加水约15 mL,转移至分液漏斗中,用稀盐调pH值至2,加氯化钠1.5 g,用醋酸乙酯提取4次,每次30 mL,合并提取液,蒸干,残渣加50%甲醇使溶解,并定容于25 mL量瓶中,作为供试品溶液。

**2.9.3 测定方法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10  $\mu$ L,注入液相色谱仪,测定,即得。测定结果见表3。

表3 样品含量测定结果( $n=3$ )

样品批号	丹参素含量(mg/片)	RSD(%)
040923	0.398	0.5
040525	0.934	0.6
030520	0.536	0.8
030212	0.541	0.9
040821	0.532	0.6

## 3 结果与讨论

**3.1** 曾对样品中丹参素、原儿茶醛同时进行含量测定,不同批次样品中丹参素的含量为1.09~3.63 mg/g,多批样品含量约1.8 mg/g;原儿茶醛的含量为0.05~0.28 mg/g。因不同批次样品的含量存在较大差异,而丹参素含量较原儿茶醛高,故选定丹参素含量为指标。

**3.2** 不同批次样品中丹参素、原儿茶醛的含量存在较大差异,主要与丹参药材的质量有关。目前丹参药材的主要来源为栽培品种,由于产地、采收年限的影响,丹参药材的质量存在较大差异,因此,通过控

制该产品中丹参素含量,可控制产品中丹参的质量。

参考文献:

[1] 张建中,吕迁洲,王新宏,等. HPLC 测定活血合剂中丹参素、原儿茶醛的含量[J]. 中成药,2002,24(1):24.

[2] 韩桂如,赵志军,刘铁刚,等. 丹参制剂中原儿茶醛及丹参素的同时定量分析[J]. 中成药,2000,22(12):872.

[3] 盛景芬. 高效液相色谱法测定丹参注射液中原儿茶醛和丹参素的含量[J]. 中成药研究,1987,(7):14.

收稿日期:2006-04-03

## HPLC 法测定养精胶囊中淫羊藿苷的含量

陆晓和,金保方,王修来(南京军区南京总医院,江苏南京 210002)

**摘要** 目的:建立测定养精胶囊中淫羊藿苷含量的高效液相色谱方法。方法:采用 Phenomenex C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(30:70);流速:0.8 ml/min;检测波长:270 nm。结果:淫羊藿苷在 122.2~611.0 ng 范围呈良好线性关系, r=0.9996, 平均回收率 98.2%, RSD 1.33%。结论:本法简便可行,准确性高,重现性好,适用于该制剂含量控制。

**关键词** 养精胶囊;淫羊藿苷;HPLC

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2007)01-0035-03

## Determination of icarrin in Yangjing capsule by HPLC

LU Xiao-he, JIN Bao-fang, WANG Xiu-lai (Nanjing General Hospital of Nanjing Military Command, Nanjing 210002, China)

**ABSTRACT Objective:** To establish an HPLC method for determination of Icarrin in Yangjing Capsule. **Methods:** The determination was performed on Phenomenex C<sub>18</sub> column(250mm × 4.6 mm, 5 μm). The mobile phase consisted of acetonitrile-water(30 : 70) with a flow rate of 0.8 mL/min. The detecting wavelength was at 270 nm. **Results:** The linear range of icarrin was 122.2~611.0 ng (r=0.9996). The average recovery was 98.2% (RSD:1.33%). **Conclusion:** The established method is simple, convenient, accurate and reproducible, and suitable for the quality control of Icarrin content in Yangjing capsule.

**KEY WORDS** Yangjing capsule; icarrin; HPLC

养精胶囊是由淫羊藿、当归、紫河车等中药经提取后加工而成,具有滋阴补肾、活血通络、生精助阳的功效,用于少精症及性欲减退、勃起功能障碍等。淫羊藿为本方的君药,淫羊藿苷为已知的主要成分,因此,本文将该成分作为测定指标。

### 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** Waters 600E-717-2996 液相系统, Empower 工作站;

**1.2 试剂** 淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:07372200111),养精胶囊(南京军区总医院制剂科,批号为:050925,050928,050930)。甲醇为分析纯(南京化学试剂一厂),乙腈为色谱纯(Merck),水为纯净水。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱:Phenomenex C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.5 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(30:70);检测波长:270 nm;流速:0.8 mL/min;柱温:30℃;进样体积:10 μL。

**2.2 对照品溶液的制备** 取淫羊藿苷对照品 12.22 mg,置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 精确称取本品内容物 1.5 g,置 25 mL 量瓶中,精确加入甲醇 20 mL,称重,超声提取 30 min,放冷,再次称重,加甲醇补足减失的重量,摇匀,即得。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 取不含淫羊藿的本品组方一定量,按成品制备工艺及供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。

**2.5 系统适应性试验** 取阴性对照溶液,对照品溶液和供试品溶液按上述色谱条件进样。结果表明:阴性对照溶液对样品中淫羊藿苷的测定无干扰,淫

基金项目:江苏省“六大人才高峰”基金(2005A5)

作者简介:陆晓和,女,教授,主任药师. E-mail: luxiaohe@med-mail.com.cn.

通讯作者:金保方, E-mail: hexiking@126.com.