



高效液相色谱法快速检验几种中成药含黄芩与丹参的量分析

刘 军 聂 立 彭章明 兰瑞容 杜 维 刘 芳 (四川省宜宾市食品药品检验检测中心 四川宜宾 644002)

摘要: **目的** 探索分析应用高效液相色谱法快速检验几种中成药含黄芩、丹参的量的方法及效果。**方法** 应用高效液相色谱法对各中成药主要成分实施靶向分离提取制作的溶液中的黄芩、丹参含量实施测定,观察分析其结果。**结果** 检验结果显示,供试品溶液主峰的保留时间与相应对照品溶液主峰的保留时间一致。以此为依据,并联合其特征色谱峰值,可以定性药材中黄芩、丹参等药物含量。**结论** 应用高效液相色谱法能够对中成药中黄芩、丹参含量实施准确、快速检验,其检验速度快,有助于准确测得药物质量,值得推广应用。

关键词: 高效液相色谱法 快速检验 黄芩 丹参 中成药

中图分类号: R286 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-5187 (2017) 11-131-01

高效液相色谱法属于色谱法的一个重要分支,目前已经在药品检测、化学、工业等多个领域得到了推广应用^[1]。研究实践结果显示,该方法具有高压、高速、高效及高灵敏度等显著性特征^[2]。我们积极开展该项研究,探索分析应用高效液相色谱法快速检验几种中成药含黄芩、丹参的量的方法及效果,取得了有价值的经验。基本情况如下。

1 材料与方法

1.1 基础材料

仪器选用岛津 SPD-20A 高效液相色谱仪、LC-350A 超声波中药处理机、色谱柱等。试药选用黄芩苷及丹参酮Ⅱ_A对照品、黄芩及丹参对照药材以及双黄连口服液、感冒止咳颗粒、冠心丹参胶囊、金龙舒胆胶囊、清热解毒口服液、精制冠心病片、复方丹参片等。同时,另外选用色谱纯甲醇、超纯水以及相关分析纯试剂进行研究。

1.2 方法

①制备黄芩类实验溶液^[3]。取黄芩苷对照品适量,用甲醇制成 1mL 约含黄芩苷 50 μg 的溶液,作为对照品溶液。再取黄芩对照药材约 0.5g,置 100mL 规格的三角瓶中,加入 50mL 甲醇后,应用超声进行处理 15min,再将其置冷然后过滤。取续滤液 1mL,置 25mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照药材溶液。

②制备丹参类实验溶液。取丹参酮Ⅱ_A对照品适量,用甲醇制成 1mL 约含丹参酮Ⅱ_A 20 μg 的溶液,作为对照品溶液。再取丹参对照药材约 0.5g,置 100mL 规格的三角瓶中,加入 50mL 甲醇后,应用超声进行处理 15min,放冷,过滤,取续滤液作为对照药材溶液。

③制备供试品实验溶液^[4]。分别将 1 粒金龙舒胆胶囊内容物、1mL 双黄连口服液、1g 感冒止咳颗粒、1mL 清热解毒口服液置入对应规格的三角瓶中,加入 50mL 甲醇,超声处理 10min,放冷,过滤。取续滤液 2mL,置 10mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。同时,分别取复方丹参片 1 片、精制冠心病片 1 片、1 粒冠心丹参胶囊内容物,将其置入 50mL 规格的三角瓶中,加入 25mL 甲醇,超声处理 10min,放冷,过滤,取续滤液。将上述供试品溶液与丹参类实验溶液进行对比研究。

④以高效液相色谱法快速检验黄芩类中成药。色谱条件:色谱柱以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(250mm×4.6mm, 5 μm)。甲醇、水、磷酸之间的流动相比值应控制为 50:50:0.2,流速为 1mL/min。实验过程中,检测波长为 280nm,柱温控制为 30℃左右。进样量为 5 μL。然后,分别吸取对照品溶液与供试品溶液进行测定。

⑤以高效液相色谱法快速检验丹参类中成药。色谱柱以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(250mm×4.6mm, 5 μm)。

将甲醇与水之间的流动相比值控制为 75:25,流速为 1mL/min。实验过程中,检测波长为 270nm,柱温控制为 30℃左右。进样量应为 5 μL。然后,再分别吸取对照品溶液与供试品溶液进行测定。

1.3 观察指标

观察相应实验溶液的主要色谱峰处的色谱峰的保留时间,对结果进行分析^[5]。

2 结果

2.1 含黄芩成分中成药检测结果

检验结果显示,几种实验溶液主要色谱峰处的色谱峰保留时间基本一致,这有助于确定该类药品中含有黄芩类成分。同时,根据样品溶液中黄芩苷色谱峰面积及黄芩苷对照品溶液色谱峰面积,按外标法计算,可以初步判断黄芩苷的含量。

2.2 含丹参成分中成药检测结果

检验结果显示,几种实验溶液主要色谱峰处的色谱峰保留时间基本一致,这有助于确定该类药品中含有丹参类成分。同时,根据样品溶液中丹参酮Ⅱ_A色谱峰面积及丹参酮Ⅱ_A对照品溶液色谱峰面积,按外标法计算,可以初步判断丹参酮Ⅱ_A的含量。

3 讨论

综上所述,随着近年来科学技术的飞速发展,高效液相色谱法已经在诸多领域得到了较为广泛的应用。该方法在检测过程中,可以获得较高的检测效率以及较高的准确性。所以,在对药物成分实施分析检验过程中,也可以通过应用高效液相色谱法对含有黄芩以及丹参成分的中成药实施快速检验。进而有效节省劳动成本以及相应的劳动力。研究证实,在应用高效液相色谱法对相关药品成分实施检验的过程中,能够极大地缩短分析时间,就可以取得满意的效果。加之该方法的制备实验溶液也较为方便,易于操作,能够实现较高分离。所以,该方法具有极大的推广应用价值。

参考文献

- [1] 张爱兵,张珏,程月发,等.高效液相色谱法测定丹参胶囊中 8 种有效成分的含量[J].中南药学,2015,13(01):80-82.
- [2] 程沛,韩东岐,胡伟慧,等.高效液相色谱法同时测定丹参中 10 种水溶性和 4 种脂溶性成分的含量[J].药物分析杂志,2015,35(06):991-996.
- [3] 徐静瑶,刘小琳,佟玲,等.高效液相色谱法测定注射用丹参多酚酸中 6 种水溶性成分的含量[J].中国新药杂志,2015,24(14):1599-1603.
- [4] 周伟,狄留庆,毕肖林,等.双波长高效液相色谱法同时测定双黄连口服液中黄芩苷、绿原酸、连翘苷、连翘酯苷 A 的含量[J].中华中医药杂志,2011,26(09):2111-2113.
- [5] 周国军,李焱,秦民坚,等.高效液相色谱法快速测定丹参中 5 种活性成分的含量[J].药物分析杂志,2012,32(08):1357-1361.