

冠心丹参颗粒质量标准探讨

卢慧勤 石澄宁 王红爱 钟潜英¹(广州 510317 广州 177 医院;¹广州 510260 广州中医药大学花都制药厂)

冠心丹参颗粒主要用于治疗气滞血瘀,冠心病所致的胸闷、胸痹、心悸气短,具有活血化瘀,理气止痛等作用。该药品由丹参、三七、降香三味中药提取制成颗粒剂,是广州中医药大学花都制药厂的科研产品,疗效确切。为了更好地保证药品质量,笔者试用 TLC 法作为该药的质量控制方法,补充了原部颁标准[WS₃-034(Z-034)-97]中无测定主药成分-丹参酮 I_A 的含量项目。现报道如下。

1 仪器药物

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津);硅胶 G(青岛海洋化工厂);微量定量点样管(美国);丹参酮 I_A 标准品(购自中国生物制品检定所);冠心丹参颗粒(花都制药厂提供);试剂均为分析纯。

1.1 对照品溶液的制备 精密称取丹参酮 I_A 10.40mg,置 5ml 量瓶中,以氯仿溶解并稀释至刻度,浓度为 2.08mg/ml。

1.2 供试品溶液的制备 样品研细,过 60 目筛,精密称取 10g,加氯仿 50ml,加热回流 40min,过滤,浓缩至 10ml。

1.3 薄层板展开条件 硅胶 G 板(10×20cm),以苯:乙酸乙酯(19:1)展开。

2 样品中丹参酮 I_A 的含量测定

2.1 扫描波长及仪器参数设定 测定波长 275nm,参比波长 350nm,反射法矩齿扫描。

2.2 线性范围试验 用定量毛细管准确吸取对照液 1,2,3,4 和 5μl 点于同一硅胶 G 板上,按丹参酮 I_A 层板条件展开并进行扫描测定。结果对照品在 2~10μg 内与积分值呈直线关系, $Y=0.9994$,回归方程: $Y=2504.5X-214.7$ 。

2.3 稳定性试验 准确吸取丹参酮 I_A 对照液 3μl(n=5),点于薄层板上,展开后按 0,0.5,1.0,1.5,2.0 和 3.0 h 分别进行薄层扫描测定,斑点面积积分值在 3h 内稳定,结果见表 1。

2.4 精密度试验 准确吸取丹参酮 I_A 对照液 4μl,点于薄层板上,展开后进行薄层扫描测定。峰面积积分值变异数 RSD=0.42%(n=5)。

2.5 样品测定 准确吸取样品溶液 20μl,点于硅胶 G 板上,同标准曲线操作测定含量,结果见表 2。

表 1 稳定性实验

时间/h	0	0.5	1	1.5	2	3	RSD/%
丹参酮 I _A 1	7372	7222	7260	7321	7194	7099	1.33
2	7337	7292	7312	7192	7173	7153	1.10
3	7202	7228	7135	7076	7098	7195	0.86
4	7347	7239	7189	7270	7268	7284	0.72
5	7323	7301	7264	7189	7138	7165	1.06

表 2 含量测定

批号	丹参酮 I _A /mg·g ⁻¹
990423	0.376
990503	0.373
9905018	0.379
20000101	0.380
20000128	0.371
平均值	(0.376±1.02%)

2.6 重复性试验 取批号为 20000128 样品,一式 5 份,按样品测定方法测定丹参酮 I_A 的含量,结果平均含量 0.371 mg/g,RSD=1.13%。

2.7 回收率试验 采用加样回收试验,准确吸取已知含量的供试品溶液适量,加入定量的丹参酮 I_A 的对照品溶液,按样品含量测定方法测定,计算回收率,结果见表 3。

表 3 回收率试验

编号	丹参酮 I _A		回收率%
	加入量/μg	实测量/μg	
1	2.08	2.04	98.08
2	2.08	2.02	97.11
3	4.16	4.06	97.60
4	4.16	3.98	95.67
5	4.16	3.95	94.95
平均值		(96.68±1.37)	

3 讨 论

经过多次经验,表明本文的展开系统分离度好,其它组分无干扰。在提取样品过程中,笔者曾选用超声波处理、索氏提取器提取和回流提取 3 种方法进行比较。超声波处理所测得的含量低,索氏提取器由于本器含量少、取样量大,提取效果也不好,所以回流提取属优选。笔者同时还比较了氯仿、乙

醇、70%乙醇、甲醇 4 种溶剂对样品的提取率,发现氯仿提取效果最好,提取样品分离更容易。本实验根据丹参酮 I_A 薄层层析斑点的特性,采用双波长薄层矩齿扫描法测定其含量,方法快捷、简便、重现性好,可作为该药品的质量控制标准。

收稿日期:2000-03-22