

不同产地野菊花中微量元素含量的测定

罗石任*,王丽果(河南省洛阳正骨医院/河南省骨科医院,郑州 450000)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)06-0827-04
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.06.34

摘要 目的:建立测定不同产地野菊花中微量元素含量的方法。方法:采用石墨炉原子吸收分光光度法(GFAAS)测定药材中铅(Pb)、镉(Cd)、砷(As)的含量;采用原子冷吸收分光光度法(HGAAS)测定药材中汞(Hg)的含量;采用火焰原子吸收分光光度法(FAAS)测定药材中铜(Cu)、铁(Fe)、锰(Mn)、钙(Ca)、镁(Mg)、锌(Zn)的含量。结果:Pb、Cd、As、Hg、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn检测质量浓度线性范围分别为0~50($r=0.999\ 9$)、0~10($r=0.999\ 2$)、0~50($r=0.999\ 0$)、0~20($r=0.999\ 5$)、0~5($r=0.999\ 3$)、0~15($r=0.999\ 8$)、0~2($r=0.999\ 9$)、0~50($r=1.000\ 0$)、0~20($r=0.999\ 9$)、0~2 $\mu\text{g/L}$ ($r=0.999\ 8$);精密度、稳定性、重复性试验的RSD<3%;加样回收率分别为94.25%~97.43%(RSD=1.07%)、94.97%~99.46%(RSD=1.68%)、96.25%~99.46%(RSD=1.09%)、96.61%~99.91%(RSD=1.26%)、94.11%~98.41%(RSD=1.68%)、93.11%~99.59%(RSD=2.73%)、93.11%~99.48%(RSD=2.63%)、93.01%~99.85%(RSD=2.49%)、95.13%~99.75%(RSD=1.58%)、94.08%~97.37%(RSD=1.18%), n 均为6。结论:该方法操作简便、稳定、重复性好,可用于不同产地野菊花中微量元素含量的测定。
关键词 野菊花;微量元素;原子吸收分光光度法;石墨炉原子吸收分光光度法;原子冷吸收分光光度法;火焰原子吸收分光光度法

Contents Determination of Microelements in *Chrysanthemum indicum* from Different Production Fields
LUO Shiren, WANG Ligu (Luoyang Orthopedic Hospital of Henan Province, Orthopedic Hospital of Henan Province, Zhengzhou 450000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the contents determination of microelements in *Chrysanthemum indicum* from different production fields. METHODS: Graphite furnace atomic absorption (GFAAS) was used to determine the contents of Pb, Cd and As; HGAAS was used to determination the content of Hg; and FAAS was used to determine the contents of Cu, Fe, Mn, Ca, Mg and Zn. RESULTS: The linear range was 0-50 $\mu\text{g/L}$ for Pb($r=0.999\ 9$), 0-10 $\mu\text{g/L}$ for Cd($r=0.999\ 2$), 0-50 $\mu\text{g/L}$ for As ($r=0.999\ 0$), 0-20 $\mu\text{g/L}$ for Hg($r=0.999\ 5$), 0-5 $\mu\text{g/L}$ for Cu($r=0.999\ 3$), 0-15 $\mu\text{g/L}$ for Fe($r=0.999\ 8$), 0-2 $\mu\text{g/L}$ for Mn ($r=0.999\ 9$), 0-50 $\mu\text{g/L}$ for Ca($r=1.000\ 0$), 0-20 $\mu\text{g/L}$ for Mg($r=0.999\ 9$) and 0-2 $\mu\text{g/L}$ for Zn($r=0.999\ 8$); RSDs of precision, stability and reroducibility tests were lower than 3%; recoveries were 94.25%~97.43%(RSD=1.07%), 94.97%~99.46%(RSD=1.68%), 96.25%~99.46%(RSD=1.09%, $n=6$), 96.61%~99.91%(RSD=1.26%, $n=6$), 94.11%~98.41%(RSD=1.68%, $n=6$), 93.11%~99.59%(RSD=2.73%, $n=6$), 93.11%~99.48%(RSD=2.63%, $n=6$), 93.01%~99.85%(RSD=2.49%, $n=6$), 95.13%~99.75%(RSD=1.58%, $n=6$), 94.08%~97.37%(RSD=1.18%, $n=6$), respectively. CONCLUSIONS: The method is simple, stable and reproducible, and can be used for the contents determination of microelements in *C. indicum* from different production fields.
KEYWORDS *Chrysanthemum indicum*; Microelement; Atomic absorption spectrometry; Graphite furnace atomic absorption spectrometry; Atomic cooling absorption spectrometry; Flame atomic absorption spectrometry

野菊花为菊科植物野菊 *Chrysanthemum indicum* L.的干燥头状花序,秋冬两季花初开放时采摘晒干,或蒸后晒干。其味苦、辛微寒,归肝、心经,具有清热解毒、泻火平肝之功效,主治疗疮痈肿、目赤肿痛、头痛眩晕,现代临床广泛用于痈肿疮毒、湿疹、宫颈炎、前列腺炎、肛窦炎、高血压等症的治疗^[1]。野菊花药材产地分布较广,除产地环境对野菊花微量元素有较大影响外,产地加工对其也有一定影响,特别是不同产区加工时所用装置各不相同,因此有必要对其微量元素进行对比研究^[2]。本试验采用原子吸收分光光度法对10批不同产地野菊花进行了铅(Pb)、镉(Cd)、铜(Cu)、砷(As)、汞(Hg)、铁(Fe)、锰(Mn)、镁(Mg)、锌(Ca)、钙(Zn)检测,为野菊花药材的微量元素控制提供参考依据,以利更有效地控制野菊花药材质量。

* 硕士研究生。研究方向:中药制剂的质量标准。电话:0371-85965137。E-mail:luoshiren047@126.com

1 材料
1.1 仪器
Aanalyst 800型原子吸收分光光度计(美国Perkin Elmer公司);AE240电子分析天平(瑞士Mettler-Toledo公司);BS210S型电子天平(北京赛多利斯天平公司);MARS-5微波消解仪,Pb、Cd、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn空心阴极灯和As、Hg无极放电灯(美国CEM公司);电热板(北京中兴伟业仪器有限公司)。
1.2 试剂
Pb、Cd、As、Hg、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn标准液(国家有色金属及电子材料分析测试中心,批号分别为GSB04-1742-2004、GSB04-1721-2004、GSB04-1714-2004、GSB04-1729-2004、GSB04-1725-2004、GSB04-1726-2004、GSB04-1736-2004、GSB04-1723-2004、GSB04-1735-2004、GSB04-1740-2004,质量

浓度均为1 000 μg/ml);氢氧化钠、硝酸均为色谱纯,硼氢化钠、过氧化氢均为分析纯,水为超纯水。

1.3 药材

试验所用野菊花样品(见表1)经河南中医学院董诚明教授鉴定为真品。

表1 野菊花来源

Tab 1 Origin of *Chrysanthemum indicum*

编号	产地	编号	产地
1	安徽亳州	6	浙江杭州
2	安徽黄山	7	浙江金华
3	江苏南京	8	河南灵宝
4	江苏无锡	9	河南漯河
5	广东佛山	10	河南焦作

2 方法与结果

2.1 光谱条件^[3-8]

采用石墨炉原子吸收(GFAAS)法测定Pb、Cd、As含量;采用原子冷吸收分光光度(HGAAS)法测定Hg含量,还原剂为3%NaBH₄,载液为0.1%NaOH+3%HCl;采用火焰原子吸收(FAAS)法测定Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn含量。仪器工作条件见表2、表3。

表2 仪器工作条件(Pb、Cd、As)

Tab 2 Instrument work condition(Pb, Cd and As)

待测元素	波长, nm	狭缝, nm	灯电流, mA	干燥温度/时间, ℃/s	灰化温度/时间, ℃/s	原子化温度/时间, ℃/s	基体改进剂
Pb	283.3	0.7	15	130/30	850/20	1 500/5	
Cd	228.8	0.7	20	130/30	500/20	1 600/5	
As	193.7	0.7	380	130/30	1 300/20	2 000/5	Ni(NO ₃) ₂

表3 仪器工作条件(Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn、Hg)

Tab 3 Instrument work condition(Cu, Fe, Mn, Ca, Mg, Zn and Hg)

待测元素	波长, nm	狭缝宽度, nm	灯电流, mA	乙炔气流, L/min	空气流量, L/min
Cu	324.8	0.4	12	1.8	17
Fe	248.3	0.2	10.0	2.0	17.0
Mn	279.5	0.2	15.0	2.0	17.0
Ca	422.7	0.7	12.0	2.2	17.0
Mg	285.2	0.7	12.0	2.0	17.0
Zn	213.8	0.7	10.0	2.0	17.0
Hg	253.7	0.4	120	1.8	17

2.2 供试品溶液的制备

精密称取样品粉末(过3号筛)0.3 g,置于消解罐中,加入6 ml硝酸和1 ml 30%过氧化氢,封盖后放入微波消解仪中进行消解(消解程序见表4),消解完成逐渐冷却至室温,取出,冷却后转移至烧杯中,在电热板上蒸酸至近干,用水溶解并稀释至50 ml,摇匀,即得。

表4 微波消解程序

Tab 4 Microwave digestion procedure

步骤	功率, W	升温, min	目标温度, ℃	达到温度保持时间, min
1	800	5	120	1
2	800	3	150	3
3	800	4	180	25

2.3 线性关系考察

分别精密量取各元素标准液适量,制成系列单一标准溶液;精密量取上述系列单一标准溶液适量,按“2.1”项下光谱条件进样测定,记录吸光度。以待测元素质量浓度(*x*, μg/ml)为横坐标、吸光度(*y*)为纵坐标进行线性回归,得回归方程与线性范围,详见表5。

表5 回归方程与线性范围(*n*=6)

Tab 5 Regression equation and the linear range(*n*=6)

待测元素	系列质量浓度, μg/L	回归方程	线性范围, μg/L	<i>r</i>
Pb	5, 10, 20, 30, 50	<i>y</i> =0.002 8 <i>x</i> +0.006 3	0~50	0.999 9
Cd	2, 4, 6, 8, 10	<i>y</i> =0.035 3 <i>x</i> +0.002 9	0~10	0.999 2
As	10, 20, 30, 40, 50	<i>y</i> =0.003 3 <i>x</i> +0.009 9	0~50	0.999 0
Hg	1, 3, 7, 10, 20	<i>y</i> =0.082 0 <i>x</i> +0.013 9	0~20	0.999 5
Cu	0.5, 1, 3, 4, 5	<i>y</i> =0.045 4 <i>x</i> -0.001 4	0~5	0.999 3
Fe	1, 3, 5, 10, 15	<i>y</i> =0.026 5 <i>x</i> +0.001 4	0~15	0.999 8
Mn	0.1, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0	<i>y</i> =0.065 4 <i>x</i> +0.002 8	0~2	0.999 9
Ca	10, 20, 30, 40, 50	<i>y</i> =0.031 5 <i>x</i> +0.025 2	0~50	1.000 0
Mg	1, 5, 0, 10, 15, 20	<i>y</i> =0.020 3 <i>x</i> +0.003 9	0~20	0.999 9
Zn	0.1, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0	<i>y</i> =0.129 3 <i>x</i> +0.004 3	0~2	0.999 8

2.4 精密度试验

分别量取Pb、Cd、As、Hg、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn标准溶液适量,按“2.1”项下光谱条件连续进样测定6次,记录吸光度。结果,Pb、Cd、As、Hg、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn吸光度的RSD分别为1.79%、0.24%、0.91%、1.70%、1.85%、0.67%、0.85%、0.29%、0.79%、0.20%(*n*=6),表明仪器精密度良好。

2.5 稳定性试验

量取“2.2”项下供试品溶液(产地:河南焦作)适量,分别于放置0、2、4、6、8、12 h时进样测定,记录吸光度。结果,Pb、Cd、As、Hg、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn吸光度的RSD分别为1.17%、0.87%、1.25%、0.76%、1.13%、0.74%、0.45%、0.82%、0.66%、1.21%(*n*=6),表明供试品溶液在12 h内基本稳定。

2.6 重复性试验

精密称取同一批样品(产地:河南焦作)适量,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.1”项下光谱条件进样测定,记录吸光度。结果,Pb、Cd、As、Hg、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn吸光度的RSD为1.22%、2.53%、0.95%、0.46%、0.62%、0.75%、1.32%、0.41%、0.96%、1.53%(*n*=6),表明本方法重复性良好。

2.7 加样回收率试验

取已知含量样品(产地:安徽亳州)适量,共6份,分别加入一定量的Pb、Cd、As、Hg、Cu、Fe、Mn、Ca、Mg、Zn标准液,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下光谱条件进样测定,计算样品含量,并计算加样回收率,结果见表6。

2.8 样品含量测定

取10个产地的样品各适量,分别按“2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下光谱条件进样测定,计算样品含量,结果见表7。

3 讨论

进行微量元素的分析测定时,本试验以HNO₃、HNO₃+H₂O₂、HNO₃+HCl为消解试剂进行研究。结果,HNO₃、HNO₃+HCl消解不完全,溶液浑浊;HNO₃+H₂O₂消解完全,溶液澄清透明,因此选定HNO₃+H₂O₂为消解试剂,并最终确定消解液配比为6 ml HNO₃+1 mLH₂O₂,在此条件下,供试品可以被彻底氧化分解,消化完全。

通过对10个不同产地的野菊花进行微量元素含量检测,并参照《药用植物及制剂进出口行业绿色标准》及2010年版《中国药典》中的重金属元素的限量标准:Pb≤5 000 ng/g;Cd≤300 ng/g;As≤2 000 ng/g;Hg≤200 ng/g;Cu≤20 μg/g。不同产地野菊花样品的Pb、Cd、As、Hg、Cu含量差别较大,其

表6 加样回收率试验结果(*n*=6)
Tab 6 Results of recovery tests(*n*=6)

待测元素	取样量,g	样品含量,ng	加入量,ng	测得量,ng	加样回收率,%	平均加样回收率,%	RSD,%
Pb	0.148 8	316.586 9	300	316.586 9	95.78	95.87	1.07
	0.149 0	317.012 4	300	317.012 4	96.25		
	0.149 3	317.650 7	300	317.650 7	95.87		
	0.148 7	316.374 1	300	316.374 1	97.43		
	0.149 6	318.289 0	300	318.289 0	94.25		
	0.149 2	317.437 9	300	317.437 9	95.61		
Cd	0.149 1	25.669 8	25	50.064 8	97.58	96.93	1.68
	0.148 8	25.618 2	25	49.680 7	96.25		
	0.148 9	25.635 4	25	49.542 9	95.63		
	0.148 6	25.583 8	25	49.998 8	97.66		
	0.149 5	25.738 7	25	49.481 2	94.97		
	0.149 3	25.704 3	25	50.569 3	99.46		
As	0.150 1	6.937 5	7	13.937 5	97.93	98.11	1.09
	0.147 9	6.835 8	7	13.835 8	96.25		
	0.148 1	6.845 1	7	13.845 1	97.90		
	0.149 7	6.9190	7	13.919 0	98.62		
	0.149 2	6.895 9	7	13.895 9	98.47		
	0.148 4	6.858 9	7	13.858 9	99.46		
Hg	0.150 2	17.576 7	15	32.563 2	99.91	98.28	1.26
	0.147 7	17.284 1	15	32.011 1	98.18		
	0.148 0	17.319 3	15	32.017 8	97.99		
	0.146 9	17.190 5	15	31.682 0	96.61		
	0.150 3	17.588 4	15	32.211 9	97.49		
	0.150 1	17.565 0	15	32.493 0	99.52		
Cu	0.148 8	2452.075 2	2 400	4 852.075 2	94.11	96.5	1.68
	0.147 2	2425.708 8	2 400	4 825.708 8	95.18		
	0.150 1	2473.497 9	2 400	4 873.497 9	97.43		
	0.149 9	2470.202 1	2 400	4 870.202 1	96.28		
	0.149 3	2460.314 7	2 400	4 860.314 7	98.41		
	0.150 1	2473.497 9	2 400	4 873.497 9	97.59		
Fe	0.143 8	96.073 7	100	196.073 7	99.02	96.75	2.73
	0.149 4	99.815 1	100	199.815 1	93.11		
	0.149 2	99.681 5	100	199.681 5	94.63		
	0.148 1	98.946 6	100	198.946 6	95.71		
	0.150 1	100.282 8	100	200.282 8	98.42		
	0.145 7	97.343 1	100	197.343 1	99.59		
Mn	0.150 0	8.131 0	7	15.131 0	99.92	96.83	2.63
	0.142 2	7.708 2	7	14.7082	96.18		
	0.147 8	8.011 8	7	15.011 8	93.11		
	0.146 9	7.963 0	7	14.963 0	96.73		
	0.150 1	8.136 4	7	15.136 4	99.48		
	0.143 3	7.767 8	7	14.767 8	95.55		
Ca	0.143 9	557.174 1	500	1 057.174 1	98.22	96.71	2.49
	0.143 3	554.850 9	500	1 054.850 9	95.48		
	0.146 6	567.628 4	500	1 067.628 4	93.01		
	0.149 8	580.018 6	500	1 080.018 6	95.93		
	0.145 4	562.982 0	500	1 062.982 0	99.85		
	0.150 0	580.793 0	500	1 080.793 0	97.77		
Mg	0.148 4	322.754 2	300	622.754 2	98.22	97.41	1.58
	0.145 1	315.577 0	300	615.577 0	97.49		
	0.146 9	319.491 8	300	619.491 8	96.71		
	0.143 6	312.314 7	300	612.314 7	95.13		
	0.149 0	324.059 1	300	624.059 1	99.75		
	0.149 9	326.016 5	300	626.016 5	97.18		
Zn	0.147 7	10.740 7	10	20.740 7	95.14	95.63	1.18
	0.146 9	10.682 6	10	20.682 6	97.37		
	0.144 0	10.471 7	10	20.471 7	96.32		
	0.146 5	10.653 5	10	20.653 5	95.13		

续表6
Continued tab 6

待测元素	取样量,g	样品含量,ng	加入量,ng	测得量,ng	加样回收率,%	平均加样回收率,%	RSD,%
	0.148 8	10.820 7	10	20.820 7	95.71		
	0.143 9	10.464 4	10	20.464 4	94.08		

表7 样品含量测定结果(*n*=3,ng/g)
Tab 7 Results of contents determination of samples (*n*=3,ng/g)

样品产地	Pb	Cd	As	Hg	Cu	Fe	Mn	Ca	Mg	Zn
安徽亳州	2 129	172.4	46.25	117.10	16.49	692.1	56.15	4 011	2 253	77.40
安徽黄山	1 721	199.7	151.39	63.95	4.37	172.6	41.84	4 857	3 018	80.95
江苏南京	1 008	344.6	5.85	66.40	19.89	404.0	82.08	3 962	2 666	46.18
江苏无锡	1 888	399.4	1.85	84.13	19.65	284.8	99.06	3 891	2 208	105.2
广东佛山	3 305	281.5	54.88	80.19	19.23	564.3	126.8	4 952	2 514	89.65
浙江杭州	2 919	294.7	121.42	103.3	17.58	453.9	48.90	4 960	2 594	113.3
浙江金华	1 545	977.9	63.18	57.82	17.87	341.5	71.68	3 808	2 578	48.45
河南灵宝	28 180	896.0	216.23	110.8	28.22	315.7	27.17	4 509	2 305	121.7
河南漯河	1 116	81.07	16.95	87.53	21.44	432.9	43.35	4 807	2 428	73.08
河南焦作	1 132	109.8	61.16	48.07	14.89	468.2	34.13	3 737	2 089	62.82

中河南灵宝重金属含量相对其他产地偏高,Pb、Cd、Cu 含量均超出限量标准,江苏南京、江苏无锡和浙江金华Cd的含量也超出《中国药典》限量标准,这可能与当地的土壤、环境以及工业发展有着密切的关系。这提示在种植药材时,应当注意当地的生态环境和土壤质量,以便控制野菊花药材的重金属含量,保证野菊花的用药安全^[9-10]。

研究表明,野菊花中含有人体必需的Fe、Mn、Ca、Mg、Zn等微量元素。安徽亳州Fe 含量最高,广东佛山Mn、Ca 含量较高,安徽黄山Mg 含量较高,浙江杭州Zn 含量较高,安徽黄山Fe 含量较低,河南焦作Ca、Mg 含量较低,河南灵宝Mn 含量偏低,浙江金华Zn 含量较低,对比可以看出各个产地微量元素含量存在明显差异,河南产地微量元素相对较低。

综上,药材生长的生态环境、土壤及其当地与野菊花的加工方法有密切关系。本方法操作简便、稳定、重复性好,可用于不同产地野菊花中微量元素含量的测定。

参考文献

[1] 程存归,李丹婷,刘幸海,等.杭白菊与野菊花的微量元素比较研究[J].光谱学与光谱分析,2006,26(1):156.

[2] 王淑荣,焦锁囤.火焰原子吸收光谱法测定陕西秦岭不同地域野菊花中的微量元素[J].光谱实验室,2013,30(1):325.

[3] 于瑞涛,刘忠,陶燕铎,等.火焰原子吸收光谱法测定青海不同产地唐古特铁线莲中的5种微量元素[J].光谱实验室,2012,29(6):3 330.

[4] 霍建中,安然,陈宏,等.野菊花中12种常量及微量元素的测定[J].食品研究与开发,2013,34(21):80.

[5] 任向丽,郭全海,陈琼霞,等.中草药中微量元素硒的测定[J].江汉大学学报:自然科学版,2010,38(3):68.

[6] 吕瑞,刘璐,何越,等.两种菊花中微量元素含量的测定[J].微量元素与健康研究,2013,30(3):34.

[7] 柯伙钊,陈文娟.原子吸收光谱法测定不同产地金线莲中的微量元素[J].海峡药学,2009,21(12):81.

[8] 陈晋红,刘大伟,汤毅珊,等.中药材重金属和农药残留的

HPLC法同时测定心舒乐片中丹酚酸B、葛根素和羟基红花黄色素A的含量

李中娥*(南阳市食品药品检验所,河南 南阳 473061)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)06-0830-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.06.35

摘要 目的:建立同时测定心舒乐片中丹酚酸B、葛根素和羟基红花黄色素A含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Welchrom C₁₈,流动相为乙腈-0.1%磷酸(梯度洗脱),流速为1.0 ml/min,检测波长为280 nm,柱温为35 ℃,进样量为10 μl。结果:丹酚酸B、葛根素、羟基红花黄色素A检测质量浓度线性范围分别为31.54~189.22($r=0.999\ 1$)、17.13~102.76($r=0.999\ 7$)、4.27~25.60 μg/ml($r=0.999\ 5$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD<2%;加样回收率分别为96.29%~100.88%(RSD=1.73%, $n=6$)、97.12%~100.57%(RSD=1.15%, $n=6$)、97.09%~99.95%(RSD=1.01%, $n=6$)。结论:该方法简便实用、重现性好,专属性强,可有效控制该制剂质量。

关键词 丹酚酸B;葛根素;羟基红花黄色素A;心舒乐片;高效液相色谱法

Simultaneous Determination of Salvianolic Acid B, Puerarin and Hydroxysafflor Yellow A in Xinshule Tablet by HPLC

LI Zhongge(Nanyang Institute for Food and Drug Control, Henan Nanyang 473061, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the simultaneous determination of salvianolic acid B, puerarin and hydroxysafflor yellow A in Xinshule tablet. METHODS: HPLC was performed on a Welchrom C₁₈ with mobile phase of acetonitrile - 0.1% phosphoric acid (gradient elution) at a flow rate of 1.0ml/min, detection wavelength was 280 nm, column temperature was 35 ℃, and injection volume was 10 μl. RESULTS: The linear range was 31.54-189.22 μg/ml for salvianolic acid B ($r=0.999\ 1$), 17.13-102.76 μg/ml for puerarin($r=0.999\ 7$) and 4.27-25.60 μg/ml for hydroxysafflor yellow A($r=0.999\ 5$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2%; recoveries were 96.29%-100.88% (RSD=1.73%, $n=6$), 97.12%-100.57% (RSD=1.15%, $n=6$) and 97.09%-99.95% (RSD=1.01%, $n=6$), respectively. CONCLUSIONS: The method is simple, practical and reproducible, and can effectively control the quality of preparation.

KEYWORDS Salvianolic acid B; Puerarin; Hydroxysafflor yellow A; Xinshule tablet; HPLC

心舒乐片收载于国家药品监督管理局《国家中成药标准汇编:中成药地方标准上升国家标准部分:内科:心系分册》^[1],由丹参、葛根、红花、郁金、桃仁5味中药材精制而成,具有活血化瘀,舒通心脉之功效,临床用于治疗瘀血痹阻的胸痹之证,症见胸闷胸痛、舌暗瘀斑等。现行标准中仅规定了葛根素的含量限值,对于心舒乐片质量控制的研究也有报道^[2],笔者参考相关文献[3-10],选取丹参中水溶性有效成分丹酚酸B作为丹参的质控成分,可与同是水溶性成分的另两味药的有效成分葛根素、羟基红花黄色素A同时测定,这样一个样品、一次检测,可同时控制3种成分的含量,从而在简化检测步骤、节约检测资源的情况下,更好地把关该药品的质量。结果表明,该方法简便实用、重现性好,专属性强,可有效控制该制剂质量。

1 材料

1.1 仪器

1260型高效液相色谱仪,包括紫外检测器(美国Agilent公司);AE240型电子天平(瑞士Mettler-Toledo公司);KQ-250E型数控超声波仪(昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 药品与试剂

心舒乐片(A厂,批号:140426、140223、131217;B厂,批号:20130729、20130923、20131120;C厂,批号:140425-11、140519-14、140325-13;D厂,批号:20140319、20140409、20131215,规格均为0.3 g/片);丹酚酸B对照品(批号:111562-201110,纯度:98.0%)、葛根素对照品(批号:110752-200912,纯度:96.0%)、羟基红花黄色素A对照品(批号:111637-200905,纯度:91.8%)均购自中国食品药品检定研究院;乙腈为色谱纯,磷酸为分析纯,水为纯化水。

研究进展[J].中药新药与临床药理,2009,20(2):187.
[9] 晓健,孙婷婷,高丽丽,等.中药重金属研究概况[J].江西中医学院学报,2007,19(6):88.

[10] 杜静,秦民坚,黄林芳,等.石斛中微量元素的含量测定及其安全性评价[J].中国药房,2012,23(47):4 477.

* 副主任药师。研究方向:药品检验与药品质量标准。电话:0377-63893589。E-mail:Lizhongge@126.com

(收稿日期:2015-02-27 修回日期:2015-08-14)
(编辑:张 静)