

## 克唑隐酮凝胶中丹参酮 II A 和隐丹参酮的测定

SGLC-LC-158

**摘要：**本文建立了克唑隐酮凝胶中丹参酮 II A 和隐丹参酮的 HPLC 测定方法。结果表明，按照国家药品标准 YBZ13602004-2009Z 中色谱条件，采用色谱柱 Shim-pack GWS C18 分析克唑隐酮凝胶中丹参酮 II A 和隐丹参酮，丹参酮 II A 和隐丹参酮的峰形对称，理论塔板数大于 2000，且与相邻杂质峰能达到基线分离，满足国家药品标准 YBZ13602004-2009Z 要求。此方法可为克唑隐酮凝胶中丹参酮IIA 和隐丹参酮的检测提供参考。

**关键词：**克唑隐酮凝胶 丹参酮 II A 隐丹参酮 Shim-pack GWS C18 HPLC

### 1. 实验部分

#### 1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20A 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack GWS C18 (5  $\mu$ m, 4.6 $\times$ 250 mm; P/N: 227-30158-03; S/N: 18F05888)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05) ；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01) ；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02) ；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04) ；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06) 。

#### 1.2 对照品溶液的制备

取丹参酮 II A 对照品 10 mg，隐丹参酮对照品 10 mg，精密称定，置 100 mL 棕色量瓶中，用甲醇超声使溶解，并稀释至刻度，摇匀，再精密量取 5 mL，置 10 mL 棕色量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

#### 1.3 供试品溶液的制备

取本品 5 g，精密称定，加层析用硅胶 (100~200 目) 10 g，拌匀，用乙醚湿法装入色谱柱 (内径 2.5 cm) 上，用乙醚洗脱至色谱柱无色为止，收集乙醚洗脱液，挥干，残渣加甲醇使溶解，定量转移至 10 mL 棕色量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

## 1.4 分析条件

色谱柱: Shim-pack GWS C18 (5  $\mu$ m, 4.6 $\times$ 250 mm; P/N: 227-30158-03; S/N: 18F05888)

流 速: 1.0 mL/min

进样量: 10 $\mu$ L

柱 温: 25  $^{\circ}$ C

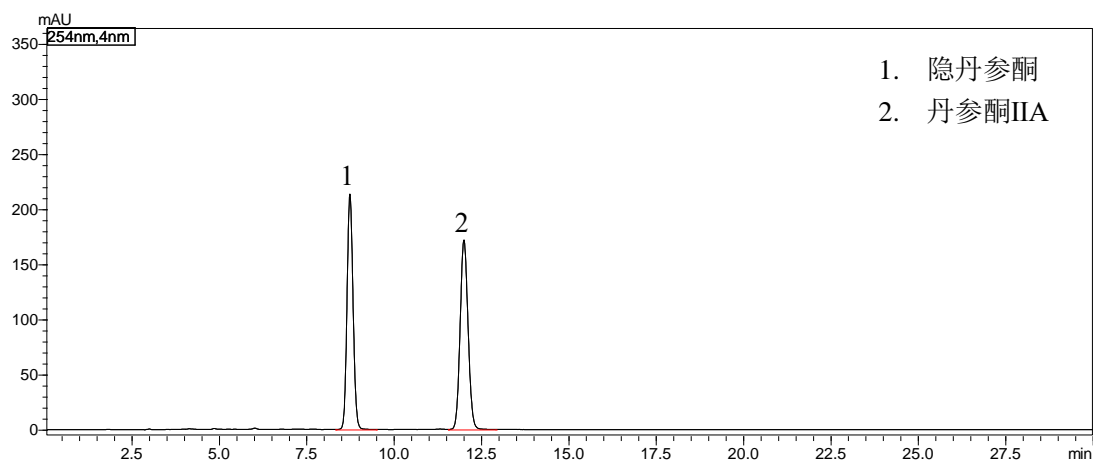
检测器: 254 nm

流动相: 甲醇: 水=85: 15

## 2. 实验结果

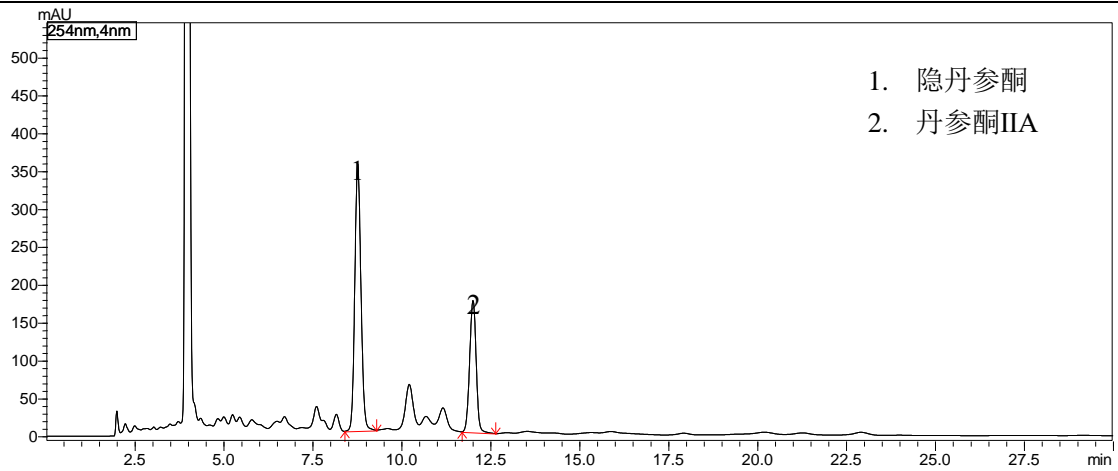
按照上述色谱条件 (1.4) 进行采集, 对照品溶液和供试品溶液色谱图如下:

对照品溶液:



目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
隐丹参酮	8.748	2566092	213609	11430	1.092
丹参酮IIA	12.011	2712696	171932	12831	1.086

供试品溶液:



1. 隐丹参酮
2. 丹参酮IIA

目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
隐丹参酮	8.772	4260601	352779	11522	1.107
丹参酮IIA	12.013	2219630	174155	19580	0.987

## 重现性

### 对照品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
隐丹参酮	8.743	8.748	8.751	0.05	2565317	2566092	2566567	0.02
丹参酮IIA	12.004	12.011	12.014	0.04	2713347	2712696	2712741	0.01

### 供试品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
隐丹参酮	8.758	8.762	8.772	0.08	4273450	4264119	4260601	0.16
丹参酮IIA	11.991	11.998	12.013	0.09	2219574	2218887	2219630	0.02

### 3. 结论

按照国家药品标准 YBZ13602004-2009Z 中色谱条件，建立了克唑隐酮凝胶中丹参酮 II A 和隐丹参酮的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-pack GWS C18 分析克唑隐酮凝胶中丹参酮 II A 和隐丹参酮，丹参酮 II A 和隐丹参酮的峰形对称，理论塔板数大于 2000，且与相邻杂质峰能达到基线分离，满足国家药品标准 YBZ13602004-2009Z 要求。此方法可为克唑隐酮凝胶中丹参酮 II A 和隐丹参酮的检测提供参考。