

# 中成药中违规使用松香酸的定性检测

LC-243

**摘要：** 本文采用岛津 Nexera LC-40 系列高效液相色谱仪，参照国家药监局发布的松香酸检查项补充检验方法（BJY 201908、BJY 201909、BJY 201919、BJY 202004、BJY 202005）建立了中成药中的松香酸测定方法及松香酸 UV 光谱。实验结果表明，理论塔板数按松香酸峰计均符合补充检验方法规定。中成药女金丸、洁白胶囊、沉香化滞丸、风湿二十五味丸、参三七伤药胶囊均未检出松香酸。岛津 Nexera LC-40 作为全新一代高效液相色谱仪，具有灵敏度高、稳定性良好、结果准确度高的特点，适用于制药药检相关行业对药品质量控制的相关工作。

**关键词：** Nexera LC-40 中成药 松香酸

松香酸为硬脆的玻璃状固体，有松脂气味，其应用范围极广，在橡胶、塑料、涂料、造纸、表面活性剂、医药、电器、建材等领域均有使用，胶粘剂中主要用作增粘剂。松香的微细粉尘与空气的混合物具有爆炸性。松香酸毒性不高，但其浓蒸气可引起头疼、昏眩、咳嗽、气喘等急性中毒症状。

国家药监局此前发布了松香酸检查项补充检验方法（BJY 201908、BJY 201909、BJY 201919、BJY

202004、BJY 202005）等多项公告，对涉及相关的中成药，规定了松香酸检查的测定方法。采用液相色谱法，以保留时间、PDA 光谱图信息对中成药进行定性识别。

本文参考以上松香酸检查项补充检验方法，基于液相色谱 - 二极管阵列检测器，建立了五种中成药违规使用松香酸的测定方法。该方法综合考虑色谱分离、UV 光谱定性要素，选择性强，灵敏度高，供相关行业参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，具体配置如下：

输液泵：LC-40B XR

系统控制器：SCL-40

自动进样器：SIL-40C XR

二极管阵列检测器：SPD-M40

柱温箱：CTO-40C

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.97

在线脱气机：DGU-405



图 1 岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪

## 1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack VP-ODS 色谱柱（150 mm× 4.6 mm I.D., 5 μm）

P/N: 228-34937-91, 岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：A-0.1% 甲酸水溶液；B- 乙腈

流速：1 mL/min 柱温：40°C

进样体积：10 μL（沉香化滞丸：20 μL） 波长：241 nm

洗脱方式：女金丸、洁白胶囊：等度洗脱，B 相浓度为 80%；

风湿二十五味丸、参三七伤药胶囊：等度洗脱，B 相浓度为 75%；

沉香化滞丸：梯度洗脱，梯度见表 1，B 相初始浓度为 60%；

表 1 沉香化滞丸梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
30.00	泵	B Conc	70
35.00	泵	B Conc	65
35.01	泵	B Conc	60
40.00	控制器	Stop	

## 1.3 对照溶液配制

女金丸：（临用新制）取松香酸对照试剂适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 2 μg 的溶液，作为对照试剂溶液。另取 11- 羧基 -β- 乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 2 μg 的溶液，作为参照溶液。（参照补充检验方法 BJJ 201908）

洁白胶囊：（临用新制）取松香酸对照试剂适量，加乙醇制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液，即得。（参照补充检验方法 BJJ 201909）

沉香化滞丸、风湿二十五味丸、参三七伤药胶囊：（临用新制）取松香酸对照试剂适量，精密称定，加乙醇制成每 1 mL 含 2 μg 的溶液，即得。另取 11- 羧基 -β- 乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1 mL 含 2 μg 的溶液，作为参照溶液。（参照补充检验方法 BJJ 201919、BJJ 202004、BJJ 202005）

## 1.4 供试品制备

女金丸：取本品 9 g，加硅藻土 4.5 g，研细，取约 3 g，精密称定，加 50% 甲醇 20 mL，超声处理 30 分钟，过滤，精密量取滤液 1 mL，置 10 mL 量瓶中，加 50% 甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

洁白胶囊：取本品胶囊内容物适量，研细，取 0.2 g，加乙醇 20 mL，超声处理 20 分钟，放至室温，上清液用微孔滤膜（0.45 μm）过滤，即得滤液。

沉香化滞丸：取本品，研细，取 2.0 g，精密称定，精密加入乙醇 20 mL，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用乙醇补足减失重量，摇匀，过滤，即得滤液。

风湿二十五味丸、参三七伤药胶囊：取本品，研细，取 0.2 g，精密称定，精密加入乙醇 20 mL，称定重量，超声处理 20 分钟，放冷，再称定重量，用乙醇补足减失重量，摇匀，过滤，即得滤液。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 分析结果判断依据

洁白胶囊：供试品色谱中，在与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上不得出现相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，则采用二极管阵列检测器比较相应色谱峰的紫外 - 可见吸收光谱，吸收光谱应不相同（松香酸对照试剂色谱峰在 241 nm 显示最大吸收），若吸收光谱相同，则视为阳性检出。（国家药监局松香酸检查项补充检验方法 BJJ 201909）

女金丸、沉香化滞丸、风湿二十五味丸、参三七伤药胶囊：供试品色谱中，在与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上不得出现相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，则采用二极管阵列检测器比较相应色谱峰的紫外 - 可见吸收光谱，吸收光谱应不相同（松香酸对照试剂色谱峰在 241 nm 显示最大吸收），若吸收光谱相同，且该色谱峰的峰面积大于 11- 羧基 -β- 乙酰乳香酸参照溶液色谱峰的峰面积值，则视为阳性检出。（国家药监局松香酸检查项补充检验方法 BJJ 201908、BJJ 201919、BJJ 202004、BJJ 202005）

## 2.2 供试品测试结果

### 女金丸

对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，色谱图如图 2 所示，测试结果见表 2。结果表明，供试品溶液色谱图中与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上未出现相同的色谱峰，判定女金丸中未检出松香酸，结果符合规定。为展示 UV 光谱图辅助定性功能，特在供试品中加入松香酸，制备成供试品加标溶液，然后对其进行 UV 光谱定性分析。光谱图和光谱相似度结果见图 3，光谱相似度结果为 0.9824。

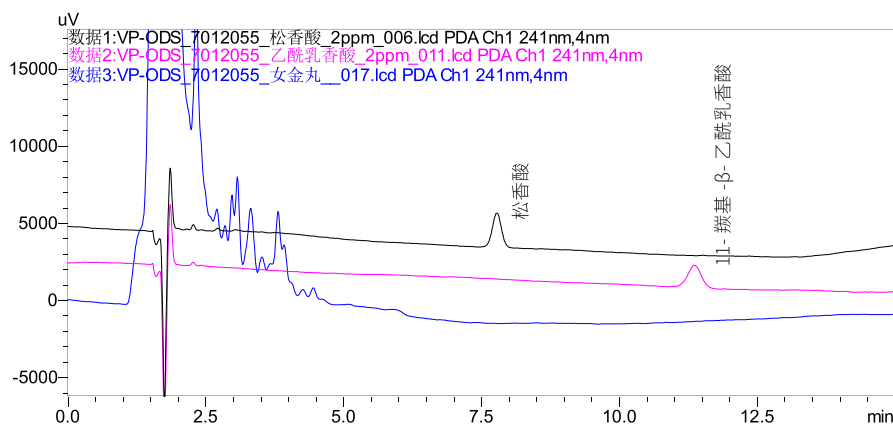
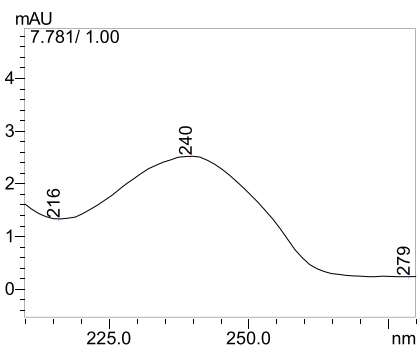


图 2 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液色谱图

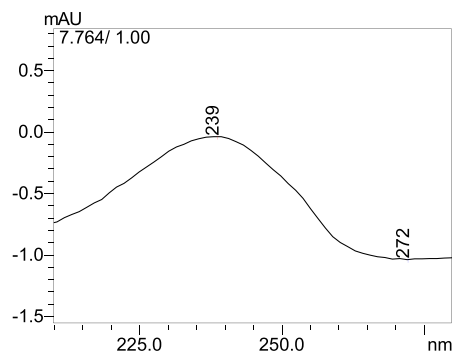
表 2 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液测试结果

化合物名称	保留时间 (min)	理论塔板数	理论塔板数
松香酸 (对照试剂溶液)	7.779	9811	不低于 2000
11-羧基-β-乙酰乳香酸 (参照溶液)	11.371	/	/
松香酸 (供试品溶液)	N.D.	/	/

N.D. = Not Detected



对照试剂溶液光谱图 (女金丸)



对照试剂溶液光谱图 (女金丸)

ID#	显示	对象	对象参数	比例	缩放倍率	λmax	λmin	相似度	Ch#
1	<input checked="" type="checkbox"/>	时间	7.76375	设置	1.00	239/678	269/648	0.9824	1
2	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	丸-2.jcm	设置	1.00	239	272/642/671	Ref	1

图 3 女金丸对照试剂溶液、供试品加标溶液光谱图及光谱相似度结果

洁白胶囊

对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，色谱图如图 4 所示，测试结果见表 3。结果表明，供试品溶液色谱图中与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上未出现相同的色谱峰，判定洁白胶囊中未检出松香酸，结果符合规定。供试品加标样的光谱图和光谱相似度结果见图 5，光谱相似度结果为 0.9947。

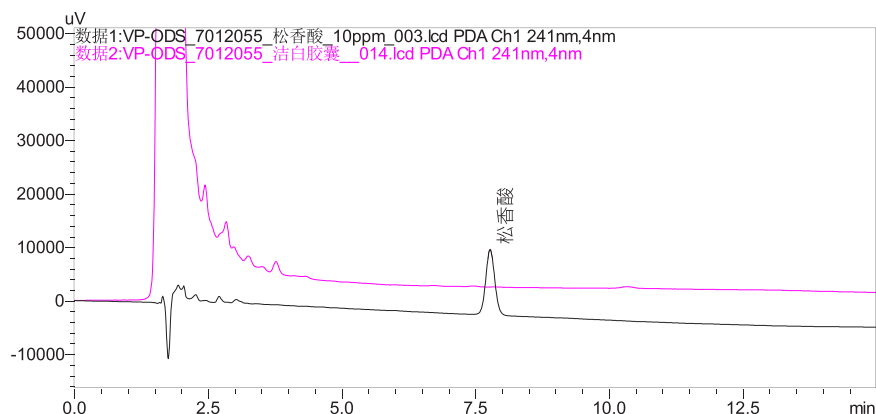
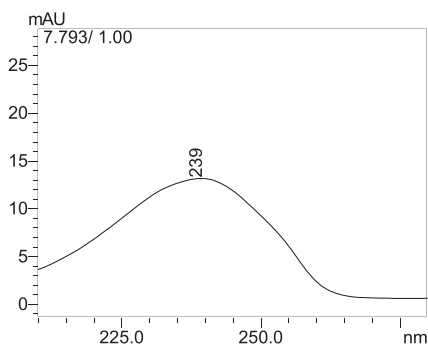


图 4 对照试剂溶液及供试品溶液色谱图

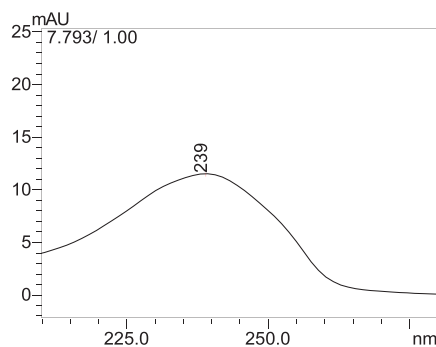
表 3 对照试剂溶液及供试品溶液测试结果

溶液名称	保留时间 (min)	理论塔板数	理论塔板数 (检验方法要求)
松香酸 (对照试剂溶液)	7.786	9499	不低于 2000
松香酸 (供试品溶液)	N.D.	/	/

N.D. = Not Detected



对照试剂溶液光谱图 (洁白胶囊)



供试品加标溶液光谱图 (洁白胶囊)

ID#	显示	对象	对象参数	比例	缩放倍率	$\lambda_{max}$	$\lambda_{min}$	相似度	Ch#
1	<input checked="" type="checkbox"/>	时间	7.79260	设置	1.00	239/681	202/315/648	0.9947	1
2	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	囊-2.jcm	设置	1.00	239/683	277	Ref	1

图 5 洁白胶囊对照试剂溶液、供试品加标溶液光谱图及光谱相似度结果

沉香化滞丸

对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，色谱图如图 6 所示，测试结果见表 4。结果表明，供试品溶液色谱图中与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上出现疑似松香酸色谱峰，使用光谱图和光谱相似度（结果见图 7）判定，光谱相似度结果为 0.6878，判定沉香化滞丸中未检出松香酸，结果符合规定。供试品加标溶液光谱相似度结果为 0.9939。

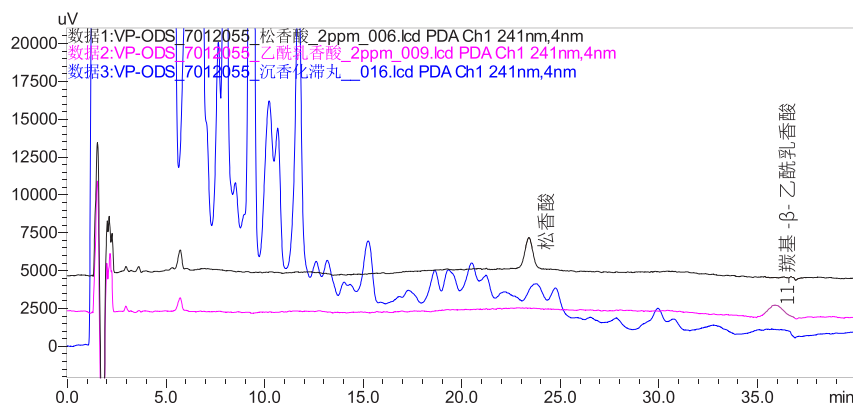
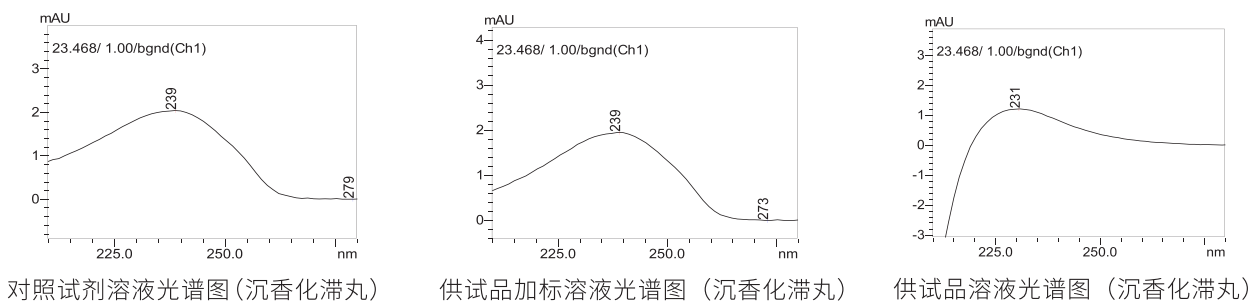


图 6 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液色谱图

表 4 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液测试结果

溶液名称	保留时间 (min)	理论塔板数	理论塔板数 (检验方法要求)
松香酸 (对照试剂溶液)	23.459	16295	不低于 2000
11-羰基-β-乙酰乳香酸 (参照溶液)	35.932	/	/
松香酸 (供试品溶液)	N.D.	/	/

N.D. = Not Detected



ID#	显示	对象	对象参数	比例	缩放倍率	λmax	λmin	相似度	Ch#
1	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	滞丸.jcm	设置	1.00	239/674	273/690	0.9939	1
2	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	香酸.jcm	设置	1.00	239/709	279/706/680	Ref	1
3	<input checked="" type="checkbox"/>	时间	23.4680	设置	1.00	652/754/738/704/778	742/476/718/644/686	0.6878	1

图 7 沉香化滞丸对照试剂溶液、供试品加标溶液供试品溶液光谱图及光谱相似度结果

风湿二十五味丸

对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，色谱图如图 8 所示，测试结果见表 5。结果表明，供试品溶液色谱图中与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上未出现相同的色谱峰，判定风湿二十五味丸中未检出松香酸，结果符合规定。供试品加标样的光谱图和光谱相似度结果见图 9，光谱相似度结果为 0.9802。

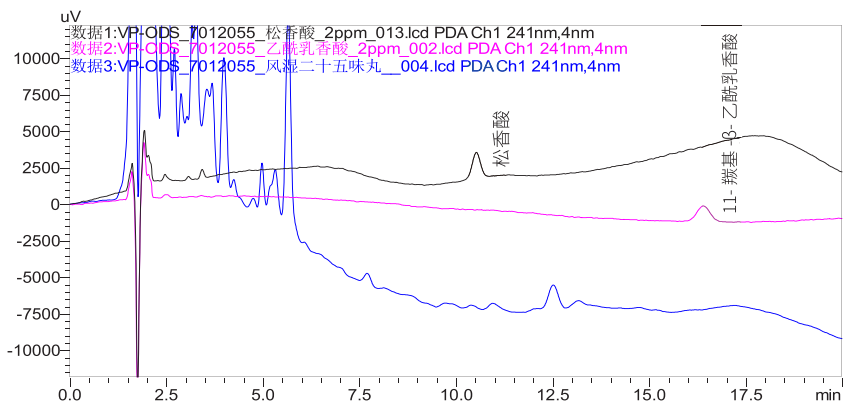
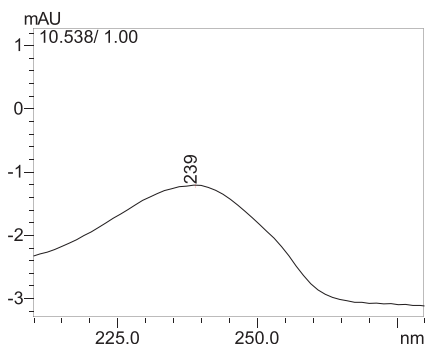


图 8 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液色谱图

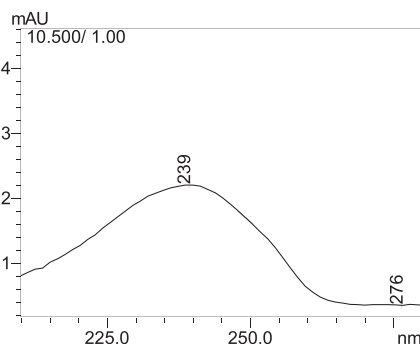
表 5 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液测试结果

溶液名称	保留时间 (min)	理论塔板数	理论塔板数 (检验方法要求)
松香酸 (对照试剂溶液)	10.505	9481	不低于 3000
11-羧基-β-乙酰乳香酸 (参照溶液)	16.400	/	/
松香酸 (供试品溶液)	N.D.	/	/

N.D. = Not Detected



对照试剂溶液光谱图 (风湿二十五味丸)



供试品加标溶液光谱图 (风湿二十五味丸)

ID#	显示	对象	对象参数	比例	缩放倍率	λmax	λmin	相似度	Ch#
1	<input checked="" type="checkbox"/>	时间	10.5000	设置	1.00	239/686/672/644	681/283/647	0.9802	1
2	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	囊-2.jcm	设置	1.00	239/642	277	Ref	1

图 9 风湿二十五味丸对照试剂溶液、供试品加标溶液光谱图及光谱相似度结果

### 参三七伤药胶囊

对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，色谱图如图 10 所示，测试结果见表 6。结果表明，供试品溶液色谱图中与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上未出现相同的色谱峰，判定参三七伤药胶囊中未检出松香酸，结果符合规定。供试品加标样的光谱图和光谱相似度结果见图 11，光谱相似度结果为 0.9941。

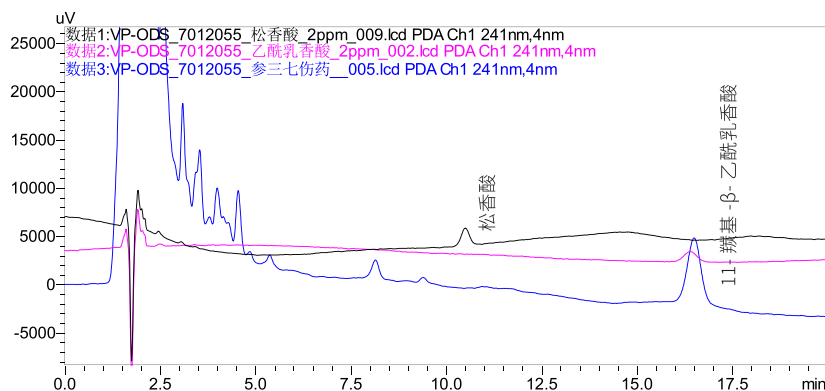
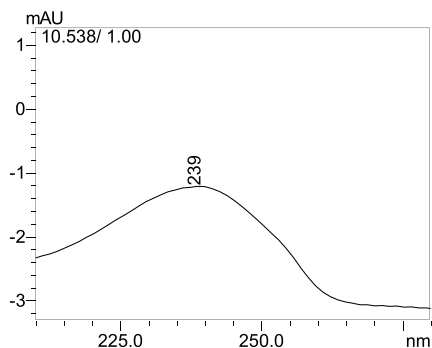


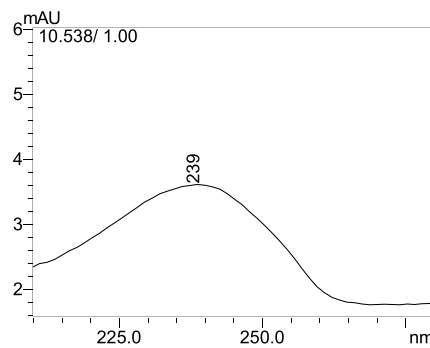
图 10 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液色谱图  
 表 6 对照试剂溶液、参照溶液及供试品溶液测试结果

溶液名称	保留时间 (min)	理论塔板数	理论塔板数 (检验方法要求)
松香酸 (对照试剂溶液)	10.508	10159	不低于 3000
11-羧基-β-乙酰乳香酸 (参照溶液)	16.404	/	/
松香酸 (供试品溶液)	N.D.	/	/

N.D. = Not Detected



对照试剂溶液光谱图 (参三七伤药胶囊)



供试品加标溶液光谱图 (参三七伤药胶囊)

ID#	显示	对象	对象参数	比例	缩放倍率	λmax	λmin	相似度	Ch#
1	<input checked="" type="checkbox"/>	时间	10.5384	设置	1.00	239/676/646	278/664/687	0.9941	1
2	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	囊-2.jcm	设置	1.00	239/642	277	Ref	1

图 11 参三七伤药胶囊对照试剂溶液、供试品加标溶液光谱图及光谱相似度结果

## 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统，参照松香酸检查项补充检验方法，对五种中成药违规使用松香酸进行定性测定。该方法综合考虑色谱分离、UV 光谱定性要素，选择性强，灵敏度高，可为相关行业的检测工作提供参考。

岛津应用云

