

高效液相色谱法用于消肿片中松香酸含量测定

LC-351

摘要：本文参照国家药品监督管理局 2021 年第 124 号通告《消肿片中松香酸检查项补充检验方法》(BJY 2021111)，使用高效液相色谱仪对消肿片中松香酸进行分析测定。实验结果表明，对照品的理论塔板数 18562，大于 3000，系统适应性满足检测要求；样品中松香酸的检出限为 0.049 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (0.0049%)，定量限为 0.16 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (0.016%)，可满足检测要求。

关键词：消肿片 松香酸 高效液相色谱仪 二极管阵列检测器

松香酸 (Abietic acid) 是松香的主要成分。因其价廉易得，常被不法分子作为中药乳香、没药等的造假材料。但本品对人体有较大危害，早年曾在某中成药中发现有非法添加松香酸导致多人中毒的现象。因此对根痛平片中的松香酸进行监测是必要的。

本法采用乙醇对供试品进行超声提取，过滤后直接上机测定，具有操作简单，效率高，重现性好、

准确度高等特点。利用岛津液相色谱 - 二极管阵列检测器，通过比对供试品与对照品的保留时间及其光谱图，对消肿片中松香酸进行定性定量检查，建立了松香酸的检测方法。对《中国药典》现有的检测提供了行之有效的补充，且对劣质药材药品流入市场起积极作用。供相关行业参考。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

输液泵：LC-30AD \times 2

自动进样器：SIL-30AC XR

柱温箱：CTO-20AC

在线脱气机：DGU-20A_{SR}

系统控制器：CBM-20A

色谱工作站：LabSolutions

二极管阵列检测器：SPD-M30A

1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱 (250 mm \times 4.6 mm I.D., 5 μm ;

岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N:227-31020-06)

流动相：A 相—0.1% 甲酸水溶液；B 相—乙腈

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μL

波长：190 nm-700 nm, 241 nm

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

洗脱方式：等度洗脱，A: B=30:70 (v/v)

1.3 标准溶液的配制

对照品溶液的制备：

取松香酸适量，加乙醇配制成 1 mg/mL 的储备液；然后用乙醇稀释至 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液，作为对照品溶液。

参照品溶液的制备：

取 11- 羧基 - β - 乙酰乳香酸适量，加乙醇配制成 1 mg/mL 的储备液；然后用乙醇稀释成 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液，作为参照品溶液。

1.4 供试品溶液的制备

参照《消肿片中松香酸检查项补充检验方法》(BJY 202111)。

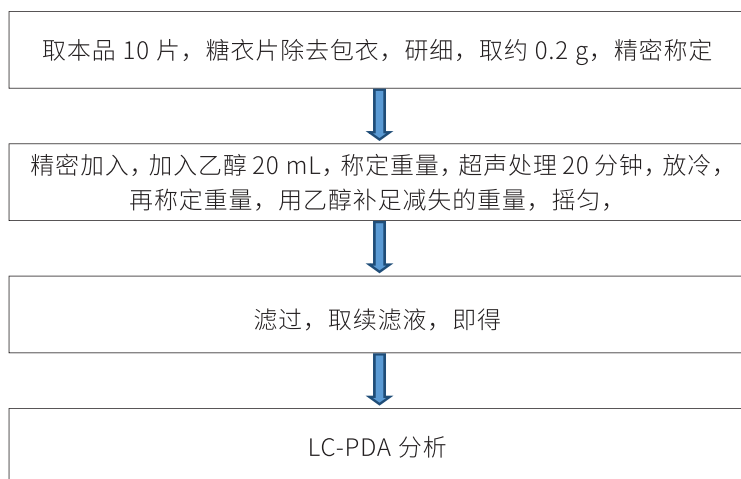


图 1 前处理流程图

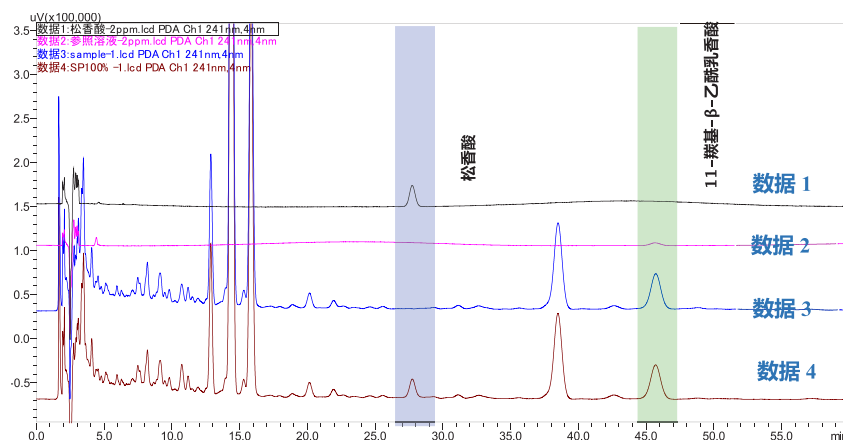
1.5 结果判断

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不得出现相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，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值大于 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。[源自《消肿片中松香酸检查项补充检验方法》(BJY 202111)，国家药品监督管理局，2021 年 10 月]

■ 结果与讨论

2.1 色谱图

松香酸对照品按照等度条件分析，松香酸保留时间为 $RT=27.738$ min，理论塔板数 18562，大于 3000，系统适用性通过。对照品、参照品、供试品、供试品加标样品进行分析，如下图 2，供试品中未检松香酸，而供试品加标样品可检出松香酸，结果符合预期。



注：数据 1 为对照品；数据 2 为参照溶液；数据 3 为供试品；数据 4 为供试品加标样品

图 2 对照品、参照溶液、供试品、供试品加标样品色谱图

2.2 检出限及定量限

对浓度为 2 $\mu\text{g/mL}$ 的松香酸溶液进样分析，由信噪比计算其检出限及定量限 (LOD, $S/N=3$; LOQ, $S/N=10$)，结果如表 1 所示。

表 1 松香酸的检出限和定量限

名称	基质	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	定量限 ($\mu\text{g/mL}$)
松香酸	消肿片	0.049	0.16

2.3 光谱图相似度判别

将松香酸对照品溶液按照上述分析条件进行上样分析，得到标准的色谱图以及光谱图。供试品和供试品加标溶液在相同条件下进行上样分析，供试品中未检测到峰，供试品加标溶液中松香酸保留时间为 27.747 min，与对照品溶液保留时间一致。将供试品加标样品中对应色谱图的光谱图与松香酸对照品标准光谱图进行比较如图 3 所示，其光谱相似度为 94.94%。

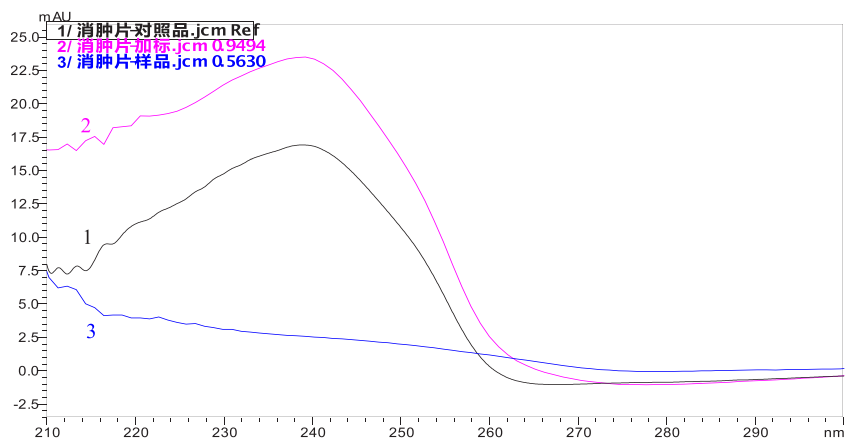


图 3 松香酸对照品、供试品加标和供试品光谱图 (210-300 nm)
(1 为对照品, 2 为供试品加标, 3 为供试品)

ID#	显示	对象	对象参数	比例	缩放倍率	λ_{max}	λ_{min}	相似度	Ch#
1	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	对照品 .jcm	设置	1.00	239/206/195/193/209	217/194/208/197/214	Ref	
2	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	-加标 .jcm	设置	1.00	198/239/652/318/482	213/490/278/662	0.9494	
3	<input checked="" type="checkbox"/>	光谱	-样品 .jcm	设置	1.00	197/652/312/482/685	280/490/640/662	0.5630	

图 4 光谱相似度对比结果 (1 为对照品, 2 为供试品加标, 3 为供试品)

■ 结论

本文采用岛津 LC-PDA 高效液相色谱二极管阵列检测系统，建立了消肿片中违规使用松香酸的定性确认方法。实验证明，该方法基于色谱保留时间以及 UV 光谱图定性，选择性强，准确度高，可有效地检测消肿片中的松香酸，供相关行业参考。

岛津应用云

