

# 高效液相色谱法测定治痢灵片中丹酚酸 B 的含量

姜翔之<sup>1</sup>, 陈英红<sup>2\*</sup>, 罗浩铭<sup>2</sup>

(1. 吉林大学中日联谊医院药剂科, 吉林 长春 130000;

2. 吉林省中医药科学院, 吉林 长春 130021)

[摘要] 目的: 建立治痢灵片中丹酚酸 B 含量的高效液相色谱测定方法。方法: 色谱柱: Diamonsil C<sub>18</sub>, 流动相为甲醇-乙腈-甲酸-水(30: 10: 1: 59)。结果: 丹酚酸 B 的线性范围为(0.64~ 6.40) μg,  $r = 0.999 9$ , 回收率为 98.65%, RSD 为 0.81% ( $n = 5$ )。结论: 本法操作简便, 结果准确。

[关键词] 治痢灵片; 丹酚酸 B; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)05-0027-02

治痢灵片是由苯巴比妥、丹参浸膏、黄花败酱、溴化钠等 9 味药物组成的中西药复方制剂, 现在质量控制中已对所含西药苯巴比妥和溴化钠进行了含量测定, 为了更好的控制该制剂的质量, 采用 HPLC 法测定本方中主要药味丹参中丹酚酸 B 的含量<sup>[1]</sup>, 本方法的重现性、准确性均较好, 可作为控制产品质量的方法。

## 1 仪器与试剂

LC-2010 高效液相色谱仪; SPD-M10A<sub>VP</sub> 二极管阵列检测器; CLASS-VP 工作站(日本岛津)。

丹酚酸 B 对照品(批号: 111562-200302)(中国药品生物制品检定所); 治痢灵片和阴性对照样品(吉林中研制药有限公司); 甲醇、乙腈均为色谱纯, 其它试剂为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Diamonsil C<sub>18</sub>(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 甲醇-乙腈-甲酸-水(30: 10: 15: 9)为流动相; 检测波长为 286 nm。理论板数按丹酚酸 B 峰计算应不低于 3 000。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取丹酚酸 B 对照品适量, 加 75% 甲醇制成每 1 mL 含 0.32 mg 的溶液, 即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 取粉末约 1.5 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加入 75% 甲醇 40 mL, 超声 30 min, 放冷, 用 75% 甲

醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.4 线性关系考察** 分别精密吸取上述对照品溶液 2, 4, 8, 12, 16, 20 μL 注入液相色谱仪测定, 以进样量(μg)对峰面积绘制标准曲线。丹酚酸 B 回归方程为  $Y = 3.69 \times 10^4 X + 5.56 \times 10^5$  ( $r = 0.999 9$ )。结果表明, 在上述色谱条件下, 进样量在(0.64~ 6.40) μg 范围内, 峰面积与浓度成良好的线性关系, 符合外标法定量测定的要求。

**2.5 阴性对照试验** 取丹参阴性样品按 2.1.3 操作制得阴性供试品, 用与样品相同的条件测定, 阴性试验在丹酚酸 B 出峰的位置无干扰峰。

**2.6 精密度试验** 精密吸取同一批号样品溶液 20 μL, 重复 5 次进样, 峰面积平均值为 640 801, 其 RSD 为 0.77%, 表明精密度良好。

**2.7 重复性试验** 取同一批号样品 5 份, 分别按供试品溶液制备法制备, 测定其丹酚酸 B 峰面积值, 其结果样品中丹酚酸 B 均含量为  $0.877 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 其 RSD 为 0.45%。结果表明有良好的重复性。

**2.8 回收率试验** 取已知含量的供试品(含丹酚酸 B  $0.877 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ) 5 份。分别精密加入丹酚酸 B 对照品溶液适量, 按含量测定方法操作制备供试品溶液, 并按上述色谱条件测定, 计算回收率。结果测得的平均回收率为 98.65%, RSD 为 0.81% ( $n = 5$ )。结果表明回收率较好, 准确度较高。

**2.9 样品含量测定** 取 3 批样品制备供试品溶液在选定的色谱条件下进样, 外标法计算丹酚酸 B 的含量, 结果 3 批样品丹酚酸 B 含量分别为  $0.858 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (批号: 040801),  $0.876 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (批号: 040802),

[收稿日期] 2007-09-24

[通讯作者] \* 陈英红, Tel: (0431) 86816839

0.864 mg·g<sup>-1</sup> (批号: 040803)。

### 3 讨论

该制剂中丹参为方中主药, 我们根据参考文献并通过实验, 拟定了该制剂中用 HPLC 测定丹参中丹酚酸 B 的方法。结果表明, 阴性无干扰, 专属性

强, 完全可用于该制剂的质量控制。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 52.