

# 高效液相色谱法测定牡丹皮配方颗粒 和饮片中丹皮酚含量

谢晓梅\*, 戴淑娟, 夏红梅, 黄 湛, 王 静  
(安徽中医学院药学院, 安徽 合肥 230031)

[摘要] 目的: 对牡丹皮配方颗粒和饮片进行质量比较, 为牡丹皮配方颗粒的质量控制和应用提供实验数据。方法: 采用高效液相色谱法测定牡丹皮配方颗粒和饮片中的丹皮酚含量。结果: 建立了牡丹皮配方颗粒和饮片中丹皮酚含量测定的HPLC方法, 两者丹皮酚含量差异较大。结论: 应进一步进行配方颗粒和饮片的等量性研究, 制定出科学的配方颗粒剂量。

[关键词] 牡丹皮; 配方颗粒; 饮片; 丹皮酚; 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(2006)12-0028-02

## Determination of Paeonol in Dispensing Granules and Decoction Pieces of Cortex Moutan by HPLC

XIE Xiao-mei\*, DAI Shu-juan, XIA Hong-mei, HUANG Zhan, WANG Jing  
(School of Pharmacy, Anhui College of Traditional Chinese Medicine, Hefei 230031, China)

[Abstract] **Objective:** To offer the experimental data for the quality of control and application of the dispensing granules of Cortex Moutan. **Method:** The content of paeonol in the dispensing granules and the decoction pieces of Cortex Moutan were determined by HPLC. **Results:** An HPLC method for the determination of paeonol was developed, and the difference of the contents between the dispensing granules and the decoction pieces was great. **Conclusion:** The equivalence of dispensing granules and the decoction pieces should be studied so as to make the scientific dosage of the dispensing granule in the prescription.

[Key words] Cortex Moutan; dispensing granules; decoction pieces; paeonol; HPLC

牡丹皮配方颗粒是以牡丹皮饮片为原料制备而成, 主要有效成分为丹皮酚。本文采用高效液相色谱法分析牡丹皮配方颗粒和饮片中丹皮酚的含量, 考察两者是否存在明显差异; 旨在为牡丹皮配方颗粒与饮片的等效性关系及其制备工艺筛选和质量控制提供科学依据。

### 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** LC-10AT型高效液相色谱仪(日本岛津), SPD-10AT紫外检测器, N2010液相色谱工作站;

AG285电子天平(METTLER TOLEDO仪器有限公司); KQ-250DB数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); 石英亚沸高纯水提取器(江苏金城教学仪器厂)。

**1.2 试剂** 丹皮酚对照品由中国药品生物制品检定所提供(含量测定用, 批号110708-200505); 牡丹皮饮片购自亳州药材市场(经本院周建理教授鉴定); 牡丹皮配方颗粒(购自附属医院中药房、自研品); 甲醇为色谱纯; 水为亚沸高纯水。

**1.3 色谱条件** 色谱柱: Hypersil C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(60:40); 流速1.0 mL/min; 检测波长: 274 nm; 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 进样量: 20 μL。

[收稿日期] 2006-04-05

[通讯作者] \* 谢晓梅, Tel: (0551) 5169230; E-mail: xiexiaomei9401@sina.com

## 2 方法与结果

**2.1 对照品溶液的制备** 取丹皮酚对照品适量,精密称定,置量瓶中,用甲醇溶解、定容,摇匀,制成每 1 mL 含丹皮酚 0.400 8 mg,作为贮备液。

精取贮备液适量置量瓶中,加甲醇定容,摇匀,即得每 1 mL 含 20  $\mu$ g 丹皮酚的对照品溶液。

**2.2 供试品溶液的制备** 取牡丹皮配方颗粒适量(约相当于 1 g 饮片)或饮片粉末 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50 mL 甲醇,密塞,摇匀,超声处理(功率 300 W,频率 50 kHz) 30 min,放冷,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液过 0.45  $\mu$ m 微孔滤膜,即得。

**2.3 线性关系考察** 分别精取丹皮酚贮备液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇定容,摇匀。按上述色谱条件依序进样测定。以峰面积(A)对浓度(C)作线性回归,结果在 8.016~40.08  $\mu$ g/mL 浓度范围内线性关系良好,回归方程  $A = 199\ 549C - 1\ 537$ ,  $r = 0.999\ 8$ 。

**2.4 精密度试验** 取牡丹皮配方颗粒供试品溶液连续进样 6 次,计算丹皮酚色谱峰面积值的 RSD 为 0.24%。

**2.5 重复性试验** 取同一批次牡丹皮配方颗粒,按照 2.2 项下方法制备供试品溶液 5 份,注入色谱仪,丹皮酚含量的 RSD 为 0.73%。

**2.6 稳定性试验** 取牡丹皮配方颗粒供试品溶液,分别在 0, 4, 8, 16, 24 h 测定,丹皮酚峰面积值的 RSD 为 1.0%,供试品溶液在冰箱冷藏至少 24 h 内稳定。

**2.7 加样回收率试验** 取同一批次已知含量的牡丹皮配方颗粒适量,精密称重,按 1:1 浓度水平准确加入丹皮酚对照品,按照 2.2 项下制备供试品溶液,在上述色谱条件进样测定,计算回收率,结果见表 1。

**2.8 含量测定** 精密称取牡丹皮配方颗粒(自研品、外购品)和饮片粗粉,按照 2.2 项下制成供试品溶液(同时另取本品粉末按照《中国药典》附录<sup>[1]</sup>测定水分);吸取对照品溶液和供试品溶液各 20  $\mu$ L,注入液相色谱仪,记录峰面积,按外标一点法,以干燥品计算丹皮酚百分含量。数据结果见表 2。

表 1 丹皮酚含量测定加样回收率试验结果

编号	供试品 含量(mg)	对照品 加入量(mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
1	0.507 2	0.480 9	0.983 0	98.9		
2	0.505 8	0.480 9	0.983 7	99.4		
3	0.506 6	0.480 9	0.983 5	99.2	98.9	0.72
4	0.504 0	0.480 9	0.973 9	97.7		
5	0.502 9	0.480 9	0.980 7	99.4		

表 2 牡丹皮配方颗粒及饮片中丹皮酚含量测定结果( $n = 2$ )

供试品	配方颗粒			饮片
	自研品 1	自研品 2	外购品	
丹皮酚含量(%)	0.060 0	0.636	0.459	1.65

备注:自研品 1 制备工艺为水煎者,自研品 2 制备工艺为水蒸气蒸馏+水煎煮。

## 3 讨论

**3.1** 已有文献报道牡丹皮配方颗粒的含量测定<sup>[2]</sup>。本文不仅测定配方颗粒而且测定了饮片的丹皮酚含量,通过原料和产品中丹皮酚的含量比较,可以看出饮片和配方颗粒的丹皮酚含量存在较大差异。表 2 中数据均是相对于饮片表示的百分含量。测量结果表明若仅由饮片制备配方颗粒的得率来表示它们之间的剂量代换关系缺乏科学性。

**3.2** 配方颗粒若是添加辅料制粒,测定时应先将颗粒研细以利于丹皮酚的提取。

**3.3** 作为现代中药饮片的一种形式,中药配方颗粒在质量控制上,除了对有效成分或指标成分进行量化,更需要临床疗效指标的支持,以确保配方颗粒与其饮片的等效性,这方面工作有待进一步研究。

## [参考文献]

- [1] 李树国. HPLC 法测定牡丹皮配方颗粒中丹皮酚的含量[J]. 海峡药学, 2005, 17(4): 68.
- [2] 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. 119.