

# HPLC 法测定杞菊地黄丸(浓缩丸) 中丹皮酚的含量

袁振营, 陈洪英, 王富丽

(河南省宛西制药股份有限公司, 西峡 474550)

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号:  
1005-9903(2001)04-0016-01

杞菊地黄丸(浓缩丸)系部颁标准(中药成方制剂)第八册所载,具有滋肾养肝的功能。由牡丹皮、山茱萸、枸杞子等组成。丹皮酚为牡丹皮的主要有效成份,其含量测定已报道有紫外分光光度法<sup>[1][2]</sup>,杞菊地黄丸中丹皮酚的含量测定还未见报道。本文应用高效液相色谱法对丹皮酚进行含量测定,为该制剂的质量控制提供了快速、准确的测定方法。

## 1 仪器与材料

美国惠普 HP110 型高效液相色谱仪, HP1100, 系列单元泵, VWD 紫外检测器, HP3395, 数据处理机, FA1104 型电子天平。杞菊地黄丸(浓缩丸)(本公司生产), 丹皮酚对照品(中国药品生物制品检定所)。甲醇为优级醇, 水为去离子水, 使用前超声处理。其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 HYPERSIL ODS 柱(4mm × 250mm, 10μm) 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(70: 30: 1); 流速 0.5ml/min, 检测波长 274nm; 柱温 30℃, 进样量 5μl。

**2.2 标准曲线制备** 精密称取丹皮酚对照品 2mg, 置 10ml 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 得浓度为 0.2mg/ml 对照品贮备液。分别取贮备液 20、40、80、160、320μl 于 1ml 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 按上述色谱条件分别进样 5μl 测定, 以峰面积积分为纵坐标, 丹皮酚对照品的量为横坐标作图, 得一良好的直线, 数据经回归处理, 方程  $Y = 833.15X - 0.5301$ ,  $r = 0.9999$ ,  $n = 5$ , 线性范围 0.02、μg ~ 0.30μg。

**2.3 精密度测定** 取对照品溶液, 连续进样测定, 根据所得峰面积值计算,  $RSD = 1.33\%$ ,  $n = 8$ 。

**2.4 样品溶液的制备与测定** 取杞菊地黄丸(浓缩丸)5丸, 约 1g, 用研钵研细, 精密称定, 置 10ml 具塞试管中, 加流动相 6ml, 混匀, 超声处理 30min, 离心 5min(3000rpm/min), 后过滤, 沉淀再加 6ml 流动相, 处理方法同上。两次滤液并入 25ml 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 微孔滤膜(0.45μm) 滤过, 稀释一倍后进样。HPLC 图谱所得峰面积按外标一点法计算, 样品中丹皮酚的含量见表 1。

表 1 样品中丹皮酚含量

批号	990801	991005	991008	991105
丹皮酚含量(mg/g)	2.84	3.24	2.90	2.31
RSD%	2.45	2.83	3.01	1.90

**2.5 空白对照液制备与测定** 按处方比例制备不含牡丹皮的空白样品, 按样品液制备方法制备, 测定, 结果空白对照无干扰。

**2.6 稳定性试验** 在样品测定过程中, 选择其中一个批号的样品, 每隔 1h 进样一次, 共进样 8 次, 结果表明, 丹皮酚峰面积值在 7h 之内稳定,  $RSD = 1.86\%$ ,  $n = 8$ 。

**2.7 重现性试验** 取杞菊地黄丸(浓缩丸)(990801) 1g, 精密称定, 平行试验 5 份, 按样品液制备方法制备, 测定, 结果  $RSD = 2.14\%$ ,  $n = 5$ 。

**2.8 加样回收率试验** 取杞菊地黄丸(浓缩丸)0.5g(用研钵研细), 精密称定, 加入对照品混匀, 按样品液制备方法制备, 测定, 数据见表 2。

表 2 丹皮酚加样回收率测定

样品含量 (mg)	加入对照品 量(mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.337	0.378	0.705	97.4		
0.342	0.405	0.746	99.8		
0.354	0.362	0.705	97.0	97.9	1.34
0.355	0.413	0.754	96.6		
0.376	0.436	0.806	98.6		

注 样品含量= 取样量 × 样品平均含量

## 3 讨论

**3.1** 在流动相选择中, 比较了甲醇、甲醇-水(3种比例)和甲醇-水-冰醋酸对样品分离效果的影响, 最后确定该流动相, 分离效果最好。

**3.2** 在样品提取中, 比较了不同提取溶媒, 提取次数和时间, 对含量的影响, 以流动相为提取溶媒, 提取 2 次, 每次 30min, 即可提取完全。经提取后的残渣再加流动相进行第三次超声提取, 提取液未检出丹皮酚。

## 参考文献:

[1] 周海梅, 李先军, 郭巧霞, 等. 紫外分光光度法测定丹皮中丹皮酚含量[J]. 中草药, 1995, 26(6): 325.  
 [2] 中华人民共和国药典. 一部[S]. 广州: 广东科技出版社, 北京: 化学工业出版社, 1995. 147.