

高效液相色谱法测定风湿通络胶囊中丹皮酚的含量

徐丽君 朱金花 孙蕾晶(义乌 322000 浙江大德制药有限公司)

摘要 目的:测定风湿通络胶囊中丹皮酚的含量。方法:采用高效液相色谱法测定风湿通络胶囊中丹皮酚的含量。采用 Hypersil ODS 色谱柱,以甲醇—0.7%磷酸溶液(70:30)为流动相,流速 1ml/min,检测波长 274nm。结果:丹皮酚的回收率为 98.9%,RSD 为 1.6%。结论:该方法简便,重复性好,其它组分对测定无干扰,可用于质量控制。

关键词 丹皮酚;高效液相色谱法;风湿通络胶囊

Determination of paeonol in Fengshitongluo Capsules by HPLC

Xu Lijun, Zhu Jinhua, Sun Leijing(Zhejiang Dade pharmaceutical Co., Ltd.)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determine paeonol content in Fengshitongluo Capsules. **METHOD:** The content determination of paeonol in Fengshitongluo Capsules by HPLC on Hypersil ODS column. The mobile phase was MeOH—0.7% Phosphoric acid (70:30) with 1ml/min of flow rate, and the detection wavelength was at 274nm. **RESULTS:** The average recoveries for paeonol was 98.9%. RSD was 1.6%. **CONCLUSION:** The method was simple with a good repeatability and without the interference of other compositions. The method can be used for quality control.

KEY WORDS paeonol, HPLC, Fengshitongluo Capsules

风湿通络胶囊处方中主含八角枫,徐长卿等,具有活血

通络,除痹止痛之效。用于风湿性、类风湿性关节炎等。其

中徐长卿具祛风除湿,止痛止痒等作用,常用于风湿类疾病。徐长卿药材中主含丹皮酚,中国药典 2000 年版收载的徐长卿即采用水蒸气蒸馏后用紫外分光光度计测定丹皮酚的含量^[1],本法参照中国药典采用水蒸气蒸馏提取,高效液相色谱法测定丹皮酚含量,可避免处方中其他成分的干扰,方法简便,分离效果好。

1 仪器与试剂

HP1100 液相色谱仪,HP1100 检测器;岛津 UV-260 紫外分光光度计。

丹皮酚对照品(含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供,批号:0708-9704,甲醇为色谱纯,其余为分析纯,水为滤过重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Hypersil ODS 色谱柱,流动相: 甲醇-0.7%磷酸溶液(70:30);检测波长: 274nm;流速: 1ml/min。理论板数按丹皮酚峰计算不低于 3000。

2.2 供试品溶液的制备

取本品内容物约 0.5g,精密称定,置凯氏蒸馏瓶中,加水 30ml,密塞,通水蒸气蒸馏,置加有 10ml 乙醇的 250ml 量瓶中,放冷,加水至刻度,摇匀,即得。

2.3 对照品溶液的制备

精密称取以五氧化二磷为干燥剂、减压干燥至恒重的丹皮酚对照品适量,加甲醇制成每 1ml 中约含 6.5μg 的溶液,即得。

2.4 测定波长的确定

本品的内容物 0.5g,加水 30ml,通水蒸气蒸馏,馏出液置紫外分光光度计记录紫外吸收图谱,结果显示供试品在 274±1nm 处有最大吸收。见图 1。

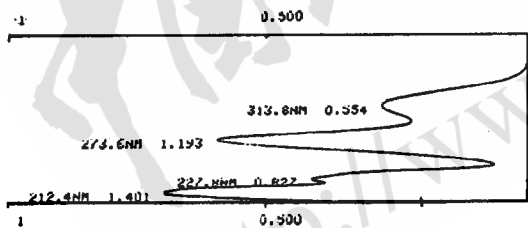


图 1 丹皮酚紫外吸收光谱

2.5 线性关系的考察

精密量取对照品溶液(6.425μg/ml)4、8、12、16、20μl 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积为纵坐标,丹皮酚量为横坐标绘制标准曲线,得回归方程: $Y = 20722.6x + 6277.2$ $r = 0.9994$,显示丹皮酚在进样量 0.0257~0.1285μg 范围内有良好的线性关系。

2.6 精密度试验

精密量取对照品溶液(6.425μg/ml)适量,重复进样 6 次,测定峰面积,结果 RSD=0.4%。

2.7 空白试验

取缺徐长卿空白样品,按供试品溶液制备法制备空白对照液,进样分析,结果表明,在相应的保留时间出峰处无干扰。

2.8 重现性试验

按含量测定方法对同批样品平行测定 6 次,测定峰面积,计算含量,结果 RSD=0.5%(n=6)。

2.9 稳定性试验

取同一份供试品溶液分别在 1、2、4、8、12、24h 进样,测定峰面积,结果 RSD=1.8%(n=6)显示丹皮酚在 24 小时内稳定。

2.10 回收率的测定

采用加样回收率法,精密称定已知含量的样品 5 份,精密加入丹皮酚对照品适量,制备供试液,进样分析,结果显示平均回收率为 98.9%,RSD=1.6%,见表 1

表 1 丹皮酚回收率试验结果

实验次数	样品中丹皮酚量(mg)	加入丹皮酚量(mg)	测得丹皮酚量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.892	0.849	1.734	99.2	98.9	1.6
2	0.925	0.849	1.786	101.4		
3	0.915	0.849	1.739	97.0		
4	0.906	0.849	1.742	98.5		
5	0.890	0.849	1.727	98.6		

2.11 样品含量测定

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10μl,按上述色谱条件测定,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批号	丹皮酚含量 mg/g	批号	丹皮酚含量 mg/g
000601	1.063	010107	1.068
000602	1.102	010108	1.145
000603	1.246	010112	1.207

3 讨论

丹皮酚难溶于水,但可用水蒸气蒸馏而得。丹皮酚的含量测定方法,文献报道多采用水蒸气蒸馏紫外分光光度法测定,采用该方法多次测定同一批样品的含量,结果含量差异较大,通过实验发现,丹皮酚的水蒸馏液倒入比色皿时,在其内壁粘附有一层油状物,影响吸收度的测定^[2]。采用 HPLC 法测定丹皮酚含量,具有简便、结果准确等优点,可用于风湿通络胶囊的质量控制。

参考文献

1 中国药典 2000 年版一部[S]. 北京:化学工业出版社,235-236.
2 寸时灿. HPLC 法测定金匱肾气丸中丹皮酚的含量[J]. 中成药,2002,24(4):309-310.

收稿日期:2002-07-20