

# 高效液相色谱法测定调胃舒肝丸中厚朴酚、和厚朴酚的含量

艾路<sup>1</sup>, 邱落<sup>2</sup>, 杜菁<sup>2</sup>, 马群<sup>1\*</sup>, 赵宝胜<sup>1</sup>

(1. 北京中医药大学中药学院, 北京 100102; 2. 北京同仁堂研究院, 北京 100079)

**[摘要]** 目的: 测定调胃舒肝丸中厚朴酚、和厚朴酚的含量。方法: HPLC 法, Zorbax SB C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相 甲醇-0.1% 磷酸溶液 (62:38), 检测波长为 294 nm。结果: 厚朴酚在 0.145 9 ~ 0.437 8 μg 线性良好 ( $r=0.999 9, n=5$ ), 和厚朴酚在 0.028 5 ~ 0.085 5 μg 线性良好 ( $r=0.999 6, n=5$ )。加样回收率厚朴酚为 101.73%, RSD 0.57% ( $n=6$ )、和厚朴酚为 97.27%, RSD 0.82% ( $n=6$ )。结论: 本试验处理方法简单, 测定结果稳定可靠, 可作为调胃舒肝丸中厚朴的含量测定方法。

**[关键词]** 调胃舒肝丸; 厚朴酚; 和厚朴酚; 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(2010)14-0087-02

调胃舒肝丸<sup>[1]</sup>由姜厚朴、郁金、醋柴胡等 13 味药组成, 用于脾胃不和, 肝郁不舒引起的胃脘刺痛两胁胀满, 暖气吞酸, 饮食无味。经文献查阅, 未发现对调胃舒肝丸中成分进行质量控制的报道, 我们采用高效液相色谱法测定调胃舒肝丸厚朴中厚朴酚、和厚朴酚的含量, 以控制制剂质量。

## 1 仪器与试剂

岛津公司 10Avp 高效液相色谱仪, SHIMADZM-LC-10Avp 液相色谱工作站, 岛津 SPD-M10Avp 二极管阵列检测器。药品试剂厚朴酚 (中国药品生物制品检定所提供, 含量测定用, 批号 110729-200309), 和厚朴酚 (中国药品生物制品检定所提供, 含量测定用, 批号 110730-200307)。调胃舒肝丸由北京同仁堂股份公司制药厂提供 (批号 6013933, 6013934, 6013935), 甲醇为色谱纯 (天津四友生物医学技术开发公司), 水为纯净水, 其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 Zorbax SB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 甲醇-0.1% 磷酸溶液 (62:38) 为流动相; 检测波长为 294 nm; 柱温 35 °C。理论板数按厚朴酚计算应不低于 3 800, 见图 1~3。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取厚朴酚、和厚朴

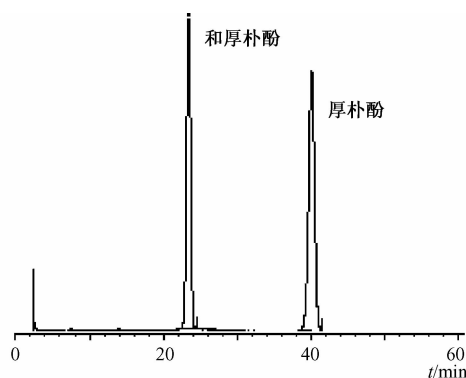


图 1 厚朴酚、和厚朴酚对照品图

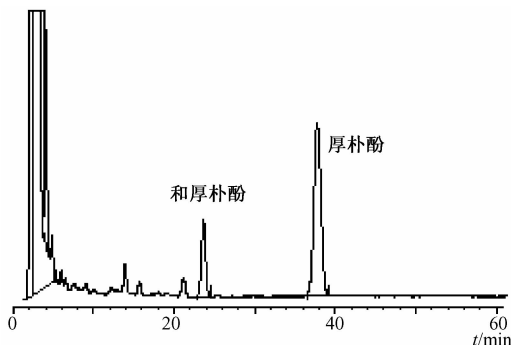


图 2 调胃舒肝丸液相色谱图

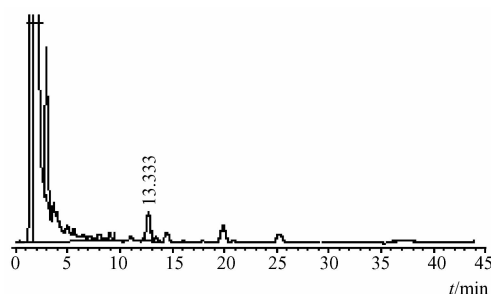


图 3 调胃舒肝丸阴性液相色谱图

**[收稿日期]** 2010-03-23

**[第一作者]** 艾路, 副研究员, 硕士, 研究方向: 中药合理应用与毒副作用研究, TeL: 010-84738658; E-mail: ai9lu29@163.com

**[通讯作者]** \* 马群, 副教授, 博士, 研究方向: 中药质量控制, TeL: 010-84738658, E-mail: maqun99@163.com

酚对照品适量,加甲醇分别制成每 1 mL 含厚朴酚 5  $\mu\text{g}$ ,和厚朴酚 25  $\mu\text{g}$  的溶液,即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 1 g,剪碎,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,称定质量,超声处理 30 min(功率 250 W,频率 40 kHz),放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液,用微孔滤膜(0.45  $\mu\text{m}$ )滤过,即得。

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,测定,外标法计算厚朴酚、和厚朴酚的含量。

**2.4 空白试验** 按处方中药味的比例,自配不含厚朴的群药,按其工艺制成空白制剂,再按供试品溶液制备方法制备并测定,结果空白溶液在厚朴酚、和厚朴酚对照品相同保留时间处未显色谱峰,故认为无干扰。

**2.5 线性关系考察** 精密吸取和厚朴酚对照品溶液(9.5  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )3.0,4.5,6.0,7.5,9.0 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,分别精密吸取 10  $\mu\text{L}$ ,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分为纵坐标,和厚朴酚进样量为横坐标绘制标准曲线并计算得回归方程  $Y = 2.35 \times 10^6 X - 3.3 \times 10^3$ ,  $r = 0.9999$ ,结果表明,和厚朴酚在 0.0285 ~ 0.0855 mg 线性良好。

精密吸取厚朴酚对照品溶液(48.64  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )3.0,4.5,6.0,7.5,9.0 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,分别精密吸取 10  $\mu\text{L}$ ,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分为纵坐标,厚朴酚进样量为横坐标绘制标准曲线并计算得回归方程: $Y = 1.96 \times 10^6 X - 2.33 \times 10^4$ ,  $r = 0.9996$ ,结果表明,厚朴酚在 0.1459 ~ 0.4378 mg 线性良好。

**2.6 稳定性试验** 精密吸取调胃舒肝丸同一批号(6013935)供试品溶液 10  $\mu\text{L}$ ,每隔一定时间进样一次,观察供试品溶液稳定性,厚朴酚、和厚朴酚平均总量为 1.5793  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  相对标准偏差 RSD 0.96% ( $n = 6$ ),试验结果表明,供试品溶液制备后 24 h 内基本稳定。

**2.7 重复性试验** 按上述色谱条件对同一批样品(6013935)6 份,进行测定,求得相对标准偏差分别为和厚朴酚含量 0.2699  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , RSD 0.68%、厚朴酚含量 1.3038  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , RSD 0.56% ( $n = 6$ )。

**2.8 回收率试验** 采用加样回收法,精密称取已知

含量的同一批号(批号 6013935,厚朴酚含量 1.3038  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 、和厚朴酚含量 0.2699  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )的样品各 0.5 g,分别精密加入厚朴酚(0.6198  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )、和厚朴酚对照品溶液(0.1425  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )各 1.0 mL,按上述条件操作,以下式计算回收率,厚朴酚的平均回收率为 101.73%, RSD 0.57 ( $n = 6$ ),和厚朴酚的平均回收率为 97.27%, RSD 0.82 ( $n = 6$ ),结果表明,本法具有良好的回收率,见表 1~2。

表 1 厚朴酚回收率试验

No.	称样量 /g	样品中含量/mg	厚朴酚总量/mg	回收率 /%	平均回收率/%	RSD/%
1	0.5011	0.6533	1.2875	102.31		
2	0.5010	0.6532	1.2857	102.06		
3	0.5161	0.6729	1.3069	102.29		
4	0.4902	0.6391	1.2691	101.64	101.73	0.57
5	0.4962	0.6469	1.2736	101.10		
6	0.4953	0.6458	1.2718	101.01		

表 2 和厚朴酚回收率试验

No.	称样量 /g	样品中含量/mg	测出和厚朴酚总量/mg	回收率 /%	平均回收率/%	RSD/%
1	0.5011	0.1352	0.2748	97.93		
2	0.5010	0.1352	0.2755	98.45		
3	0.5161	0.1393	0.2767	96.41		
4	0.4902	0.1323	0.2710	97.34	97.27	0.82
5	0.4962	0.1339	0.2721	96.99		
6	0.4953	0.1337	0.2712	96.53		

**2.9 样品测定结果** 分别取 3 批样品,依上述色谱条件进行测定,厚朴酚和和厚朴酚总量分别为 1.5631,1.5577,1.5737  $\text{mg}/\text{丸}$ 。

### 3 讨论

取厚朴酚、和厚朴酚对照品,在 200 ~ 400 nm 范围内扫描,结果在 294 nm 处有最大吸收,故选择 294 nm 作为检测波长。

参考《中国药典》<sup>[2]</sup>,根据厚朴酚、和厚朴酚的性质,进行 70% 乙醇、95% 乙醇、70% 甲醇、甲醇作为提取溶剂的比较,同时进行了超声提取和回流 2 种方法考察,溶剂体积的考察,结果表明甲醇超声提取方法提取厚朴酚、和厚朴酚总量高,超声提取溶剂量 50 mL 厚朴酚、和厚朴酚提取已基本完全,经计算选择样品量 1 g,甲醇 50 mL 超声提取作为提取条件。

### [参考文献]

[1] 中国药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂第八册,1996:156.  
 [2] 中国药典. 一部[S]. 2005:129.

[责任编辑 顾雪竹]