

# HPLC 法测定和胃散中桂皮醛的含量

刘光斌<sup>1\*</sup>, 毛和平<sup>1</sup>, 姜芳宁<sup>1</sup>, 刘效栓<sup>1</sup>, 隆旭红<sup>2</sup>

(1. 甘肃省酒钢医院, 甘肃 嘉峪关 735100; 2. 嘉峪关市药品检验所, 甘肃 嘉峪关 735100)

[摘要] 目的: 采用高效液相色谱法测定和胃散中桂皮醛的含量。方法: 色谱柱: Inertsil ODS-SP(4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 柱温 25 °C; 流动相乙腈-水(32:68); 流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 检测波长 290 nm。结果: 桂皮醛在 3.994 ~ 39.94 μg · mL<sup>-1</sup> 线性关系良好( $r=0.999\ 99$ ), 平均回收率为 99.20%, RSD 1.52%。结论: 本法准确、简便、易行, 可用于和胃散的质量控制。

[关键词] 桂皮醛; 和胃散; 高效液相色谱

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)07-0067-02

和胃散是由甘肃省酒钢医院研制的中药复方制剂, 处方主要为肉桂, 白芍, 香附, 木香, 陈皮, 当归, 白芷, 高良姜, 川芎, 小苏打等, 具有温中散寒、行气止痛等功效, 临床上治疗急性胃肠炎、慢性胃炎、消化性溃疡取得了良好疗效。为了控制和胃散的质量, 保证其疗效, 本文采用反相高效液相色谱法对制剂君药肉桂中的桂皮醛进行了含量测定, 结果满意, 现报道如下。

## 1 仪器和试剂

LC-2010AHT 型高效液相色谱仪(日本岛津), 岛津 LC solution 工作站; AUY220 电子分析天平(日本岛津); TU-1221 紫外-可见分光光度计(北京普析通用)。

桂皮醛对照品(供含量测定用, 批号 1117102-200513), 中国药品生物制品检定所。和胃散(批号 091022, 091114, 091116) 及阴性样品由酒钢医院制剂室提供。甲醇、乙腈为色谱纯; 水为超纯水; 其他

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 Inertsil ODS-SP(4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相乙腈-水(32:68); 流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 检测波长 290 nm; 柱温 25 °C; 进样量 10 μL。理论板数按桂皮醛的峰计算应不低于 3 000。

### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取桂皮醛对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 20 μg 的溶液, 即得。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取本品粉末约 3.0 g, 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(功率 350W, 频率 35 kHz) 10 min, 放置过夜, 同法超声处理 1 次, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 3 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪按上述色谱条件, 对和胃散以及缺肉桂的阴性样品溶液进行测定。结果阴性样品在相

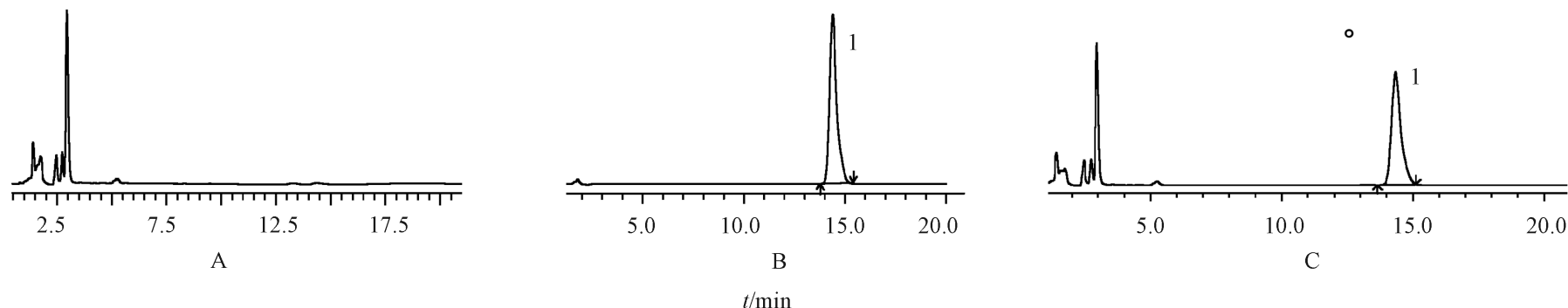


图 1 和胃散 HPLC 色谱图

A. 阴性样品; B. 和胃散样品; C. 对照品; 1. 桂皮醛

**2.3 线性关系考察** 精密称取桂皮醛对照品适量, 加甲醇分别制成每 1 mL 含 3.994, 9.985, 15.976, 19.970, 23.964, 29.955, 39.940 μg 的溶液, 分别吸取 10 μL, 注入高效液相色谱仪中, 按上述色谱条件进行测定。以峰面积为纵坐标, 相应的对照品浓度

[收稿日期] 20100119(001)

[通讯作者] \* 刘光斌, 副主任医师, 医院制剂开发、临床药学,  
Tel: (0937) 6712956 或 13993779021; E-mail:  
jgyylgb@sina.com

为横坐标, 绘制标准曲线, 桂皮醛回归方程为  $A = 110\ 604C - 7\ 231.26$ , 相关系数  $r = 0.999\ 99$ , 表明桂皮醛在  $3.994 \sim 39.94\ \mu\text{g}$  呈良好的线性关系。

**2.4 稳定性试验** 取同一批号(091116)供试品溶液分别于 0, 1, 2, 4, 6, 8 h 进样, 按上述色谱条件测定桂皮醛的峰面积, 求得 RSD 0.88%, 表明样品中的桂皮醛在 8 h 内稳定。

**2.5 重复性试验** 取和胃散样品 6 份(091116), 精密称定, 按 2.2.2 项下方法制备样品供试液, 进样含量测定, 结果桂皮醛平均质量分数为  $0.76\ \text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , RSD 1.68%, 表明重复性良好。

**2.6 加样回收率试验** 取已知含量的同一批号

表 1 和胃散中桂皮醛的加样回收率( $n=9$ )

称样量 /g	样品中 含量/mg	加入对照 品量/mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回 收率/%	RSD /%
1.502 2	1.141 7	0.97	2.103 2	99.13		
1.501 3	1.141 0	0.97	2.112 7	100.18		
1.498 8	1.139 1	0.97	2.081 4	97.15		
1.501 2	1.140 9	1.14	2.273 9	99.38		
1.505 6	1.144 3	1.14	2.295 6	101.00	99.20	1.52
1.510 1	1.147 7	1.14	2.301 5	101.21		
1.506 6	1.145 0	1.32	2.455 6	99.29		
1.504 4	1.143 3	1.32	2.422 3	96.89		
1.494 2	1.135 6	1.32	2.436 3	98.54		

(091116) 样品, 精密加入一定量桂皮醛对照品, 按 2.1 项色谱条件进样测定, 并计算回收率。结果见表 1。

**2.7 样品测定** 按正文方法测定 3 批样品(批号 091022, 091114, 091116), 桂皮醛的质量分数分别为  $0.81, 0.77, 0.76\ \text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  ( $n=3$ )。

### 3 讨论

方法学研究结果表明, 该法操作简便, 结果准确, 重复性好, 能够有效控制产品质量。

本实验中曾采用乙腈-水(35:65)<sup>[1]</sup>、乙腈-水(32:68)、乙腈-0.1%磷酸(32:68)流动相进行色谱分析, 结果表明乙腈-水(32:68)为流动相时分离效果良好, 峰形较理想。

分别考察了用甲醇直接超声 20, 30, 40, 50 min。结果表明以甲醇直接超声 20, 30 min 提取率不高, 以甲醇直接超声 40, 50 min 随着提取率增加干扰成分也明显增加, 所以选择了药典方法。

### [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: 91.

[责任编辑 仝燕]