

# HPLC 法测定抱龙丸中木香炔内酯 及去氢木香内酯的含量

李 慧<sup>1</sup>, 陈宝田<sup>1</sup>, 刘 莉<sup>2</sup>, 刘 强<sup>2\*</sup>

(1. 南方医科大学南方医院中医科, 广东 广州 510515; 2. 南方医科大学中医学院, 广东, 广州 510515)

[摘要] 目的: 建立 HPLC 法测定抱龙丸中木香炔内酯及去氢木香内酯的含量。方法: 采用 Agilent C<sub>18</sub>(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相为甲醇-水(65: 35); 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长 225 nm。结果: 木香炔内酯的线性范围为 0.2~ 1 μg,  $r = 0.999 9$ , 平均回收率为 99.96%, RSD= 0.56%; 去氢木香内酯线性范围为 0.2~ 1 μg;  $r = 0.999 9$ , 平均回收率为 99.68%, RSD = 0.68%。结论: 该方法结果准确, 重复性好, 可作为抱龙丸质量控制的定量方法。

[关键词] 抱龙丸; 高效液相色谱法; 木香炔内酯; 去氢木香内酯

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)12-0007-02

## Determination of Costunolide and Dehydrocostuslactone in Baolong Pill by HPLC

LI Hui<sup>1</sup>, CHEN Bao-tian<sup>1</sup>, LIU Li<sup>2</sup>, LIU Qiang<sup>2\*</sup>

(1. Department of Traditional Chinese Medicion, Nanfang Hospital, Guangzhou 510515, China;

2. Department of Traditional Chinese Medicion, Southern Medical University, Guangzhou 510515, China)

[Abstract] **Objective:** To develop and HPLC method for the detemination of constunolide and dehydrocostuslactone Baolong Wan. **Methods:** The samples were analyzed on an Agilent C<sub>18</sub> column(4.6 mm × 250 mm, 5 μm). The mobile phase was a mixture of MeOH-H<sub>2</sub>O(65: 35), the flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, and the detection wavelength was set at 225 nm. **Results:** Calibration curves for costunolide and dehydrocostuslactone were linear costuslactone in the range of 0.2~ 1 μg,  $r = 0.999 9$ . The recoveries were 100.0%, RSD= 0.56 and 99.7%, RSD= 0.68% respectively. **Conclusion:** The method is sensitive, accurate and repeatable. It can be used for the quality control of Baolong pill.

[Key words] Baolong pill; HPLC; costunolide; dehydrocostuslactone

抱龙丸由木香、陈皮、法夏等 27 位药物组成<sup>[1]</sup>, 具有祛风健胃之功效, 用于小儿风痰吐乳腹泻等症。木香具有行气止痛、消食健脾之功效。我们采用高效液相色谱法测定抱龙丸中木香炔内酯及去氢木香内酯的含量, 为该制剂提供快速、准确的质量测定方法。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, DAD 检测器, 四元泵, Agilent 1100 工作站(美国 Agilent); BB110S 电

子天平(德国); SK1200H 超声波清洗器(上海科导); 木香炔内酯、去氢木香内酯对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 111524-200503、111525-200505); 抱龙丸为市售样品(佛山冯了性药业有限公司, 规格 1.56 g/丸); 水为超纯水, 甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Agilent C<sub>18</sub>(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(65: 35); 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长 225 nm。在此条件下, 小香炔内酯及去氢小香内酯对照品, 抱龙丸供试品, 阴性对照品的 HPLC 图谱见图 1。

[收稿日期] 2007-08-13

[通讯作者] \* 刘强, Tel: (020) 61648264; E-mail: liuqiang@fimmu.com

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取木香炔内酯、去氢木香内酯对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含木香炔内酯和去氢木香内酯各 0.1 mg 的溶液,即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取抱龙丸 1 丸,精密称重 1.56 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,密塞,称定重量,放置过夜,超声处理 30 min,取出,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

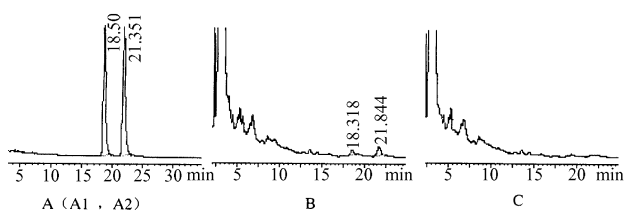
**2.4 线性关系的考察** 分别精密吸取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10  $\mu\text{L}$  进样,以峰面积( $Y$ )对进样量( $X$ )进行回归,木香炔内酯的回归方程为  $Y = 1\,875.2X - 5.15$ ,  $r = 0.999\,9$ ,线性范围为 0.2~1  $\mu\text{g}$ ,去氢木香内酯的回归方程为  $Y = 2\,061.6X - 22.55$ ,  $r = 0.999\,9$ ,线性范围为 0.2~1  $\mu\text{g}$ 。

**2.5 精密度实验** 精密吸取抱龙丸供试品溶液 10  $\mu\text{L}$  重复进样 5 次测定木香炔内酯、去氢木香内酯峰面积值,其 RSD 分别为 0.879% 和 0.93%。

**2.6 稳定性实验** 精密吸取抱龙丸供试品溶液 10  $\mu\text{L}$  于 0, 2, 4, 8, 24 h 测定木香炔内酯、去氢木香内酯峰面积,其 RSD 分别为 0.97% 和 1.51%,表明待测成分在 24 h 内稳定性良好。

**2.7 重复性实验** 精密称取同一批次的样品 6 份,依法测定木香炔内酯、去氢木香内酯的含量,其 RSD 分别为 1.24% 和 1.44%,表明本方法重现性良好。

**2.8 阴性对照实验** 取除厚朴以外的处方中其余药材的 1/10 量,按法制成丸,再按样品制备方法,制成阴性对照溶液,依法测定,结果表明处方中其它药材和辅料不干扰木香炔内酯与去氢木香内酯的测定。



A 对照品(A1: 木香炔内酯, A2: 去氢木香内酯); B 抱龙丸供试品; C 阴性对照

图 1 抱龙丸 HPLC 图

**2.9 加样回收率实验** 精密吸取已知含量的 6 份样品测定液 0.1 mL 分别精密加入 0.1 mL 的对照品溶液(木香炔内酯: 0.1  $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ , 去氢木香内酯: 0.1  $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ), 进样 10  $\mu\text{L}$  测定峰面积,计算回收率。结果见表 1, 表 2。

**2.10 样品测定** 3 批样品,各取 1 丸,精密称定,按供试品溶液的制备方法制备供试液,10  $\mu\text{L}$  进样。结

果见表 3。

表 1 木香炔内酯回收率测定结果( $n = 6$ )

序号	样品中木香炔内酯量( $\mu\text{g}$ )	加入木香炔内酯量( $\mu\text{g}$ )	实测木香炔内酯量( $\mu\text{g}$ )	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.45	10	10.40	99.50	99.96	0.56
2	0.45	10	10.51	100.60		
3	0.46	10	10.41	99.50		
4	0.44	10	10.47	100.30		
5	0.44	10	10.49	100.50		
6	0.45	10	10.39	99.40		

表 2 去氢木香内酯回收率测定结果( $n = 6$ )

序号	样品中去氢木香内酯量( $\mu\text{g}$ )	加入去氢木香内酯量( $\mu\text{g}$ )	实测去氢木香内酯量( $\mu\text{g}$ )	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	1.14	10	11.02	98.8	99.68	0.68
2	1.12	10	11.05	99.3		
3	1.15	10	11.21	100.6		
4	1.14	10	11.17	100.3		
5	1.15	10	11.08	99.3		
6	1.13	10	11.11	99.8		

表 3 样品测定结果

批号	木香炔内酯量( $\text{mg}/\text{丸}$ )	去氢木香内酯量( $\text{mg}/\text{丸}$ )
1	0.112 77	0.285 32
2	0.112 71	0.285 30
3	0.112 79	0.285 37

### 3 讨论

小儿脏腑娇嫩,运化功能尚未健全,而生长发育所需水谷精气较成人更为迫切,所以经常易为饮食所伤,出现积滞、呕吐、泄泻等症。因此,抱龙丸以檀香、砂仁、木香、香附行气止痛;藿香、苏叶、厚朴、薄荷等祛风健胃。诸药组成祛风、健胃、止痛,为治疗小儿风痰吐乳腹泻之良药。

取木香炔内酯、去氢木香内酯对照品,在 200~400 nm 范围内扫描,结果在 225 nm 处两者都有较大吸收,故选择 225 nm 作为检测波长。在供试品制备时,进行超声提取、冷浸及冷浸后再超声 3 种方法<sup>[2]</sup>比较,实验结果表明冷浸后超声 30 min 法提取木香炔内酯、去氢木香内酯含量最高,故选择冷浸过夜后超声 30 min 法进行提取。本方法分离度好,结果准确,方法简便,重复性及回收率均理想,可以有效地控制产品质量。

### [参考文献]

- [1] 宋民宪,郭维加.新编国家中成药[M].北京:人民卫生出版社,2002.7,45.
- [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,2005.176.