

小儿温胃颗粒剂中丁香酚的 HPLC 测定

严铭铭¹, 钟英杰¹, 王旭¹, 张宏², 曲晓波¹, 赵大庆^{1*}

(1. 长春中医学院研发中心, 吉林 长春 130021; 2. 吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

[摘要] 目的: 建立小儿温胃颗粒剂中丁香酚的含量测定方法。方法: HPLC 法, 流动相: 甲醇-水(60:40)为流动相; 检测波长为 281nm; 柱温 40℃。结果: 丁香酚线性范围为 0.9792~5.8752μg, 平均回收率 99.14%, RSD 为 0.966%。结论: 方法可靠, 简单可行, 为控制小儿温胃颗粒剂的内在质量提供了科学依据。

[关键词] 小儿温胃颗粒剂; 丁香酚; 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(2006)03-0014-02

小儿温胃颗粒剂由广藿香、丁香、延胡索等八味中药组成, 临床用于治疗小儿胃腹、脐周痛及脾胃不和。为了更好控制其内在质量, 使临床疗效稳定可靠, 我们以高效液相色谱法测定了本品处方中丁香酚的含量, 为控制其内在质量提供了科学依据。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD-10Avp 紫外检测器; 日立 U-3400 型分光光度计; 丁香酚对照品, 由中国药品生物制品检定所购入(供含量测定用, 批号 0726-200208); 小儿温胃颗粒剂, 本院新药中心剂型研究室制备; 所用试剂甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 岛津 VP-ODS 色谱柱(150 ×

[收稿日期] 2005-05-31

[通讯作者] 赵大庆, Tel: (0431) 6178256; E-mail: yanmm595@yahoo.com.cn

4.6mm), 以甲醇-水(60:40)为流动相; 281m; 柱温 25℃, 理论板数按丁香酚计算, 应不低于 5000。在此条件下, 丁香酚和样品中的其它物质可以得到良好的分离, 而阴性液无干扰。

丁香酚对照品、样品及阴性液(取处方中除去丁香以外的其它药材, 同成品颗粒剂制备方法制成除去丁香的阴性颗粒剂, 并按照样品供试液制法制成阴性液)HPLC 图见图 1。

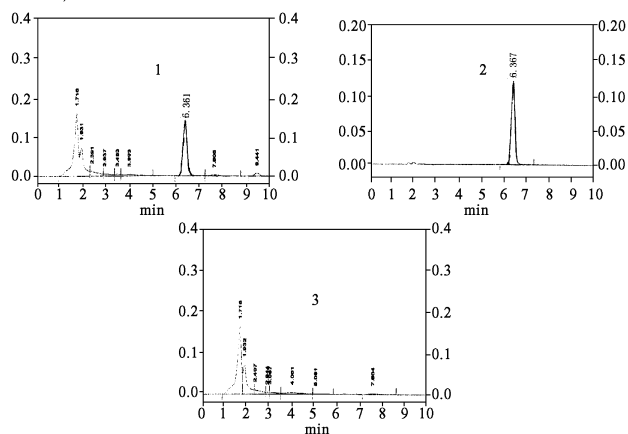


图 1 高效液相色谱图谱

(1. 样品 2. 对照品 3. 阴性液)

2.2 对照品溶液的制备 精密吸取丁香酚对照品 24.48mg, 置于 50mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 2g, 置于锥形瓶中, 精密称定, 精密加入甲醇 20mL, 称定重量, 超声处理 30min, 放置至室温, 再称定重量, 用甲醇补足减失重量, 摇匀, 滤过, 即得。

2.4 线性关系的考察 精密吸取丁香酚对照品溶液 2.4、6.8、10.12μL 分析测定, 以样品量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 作图并回归得到一条不通过原点的直线方程: $Y = 33042.33337 + 538712.9904X$, $r = 0.9997$ 。结果表明, 上述测定条件下, 丁香酚在 0.9792~5.8752μg 之间呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 10μL, 在上述同一色谱条件下, 连续进样 6 次, 测定 RSD=0.34% ($n=6$), 证明精密度良好。

2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液在 0.6、12、18、24h 分别进样, 进行测定, 结果其 RSD=0.17%, 可见供试品溶液中丁香酚在 24h 内含量稳定。

2.7 回收率实验 在已知含量的样品粉末中, 定量加入一定量的丁香酚对照品, 按供试品溶液制备方法制备, 进样测定, 计算回收率(加标供试品溶液进

样 6μL), 结果见表 1。

表 1 回收率测定结果表

样品	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	5.7547	5.52	11.2784	100.07
2	5.7588	5.52	11.1646	97.93
3	5.7573	5.52	11.1768	98.18
4	5.7622	5.52	11.2903	100.15
5	5.7634	5.52	11.2216	98.88
6	5.7550	5.52	11.2554	99.64
统计分析	平均值= 99.14%		RSD= 0.966%	

本方法平均回收率 99.14%, 且 RSD<3%, 说明本方法回收率良好。

2.8 样品的含量测定 分别称取不同批号的样品, 按供试品溶液制备方法制备, 每批测定两次, 取其均值。另精密吸取丁香酚对照品 24.48mg, 置于 50mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 作为对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液 5μL 与 10μL, 注入液相色谱仪, 测定, 计算小儿温胃颗粒剂中丁香酚含量, 依法测定 5 批样品, 结果如表 2。

表 2 样品中丁香酚含量测定结果表(mg/袋)

批号	030921	030923	030925	030927	030929
含量(mg/袋)	27.1682	30.4887	32.5934	28.8215	26.7190

3 讨论

丁香酚的含量测定一般采用气相色谱法, 本实验采用高效液相法较气相色谱法简单易操作。

在对供试品溶液的制备方法的考察, 首先选择以甲醇回流、甲醇冷浸、甲醇超声作为提取方法, 经测定表明, 甲醇回流提出成分复杂, 不利于测定, 而甲醇冷浸, 丁香酚含量远低于甲醇超声, 故选择以甲醇超声作为提取方法。其次考察了所加溶剂的种类, 分别选择正己烷、石油醚及甲醇作为溶剂, 加入量为 20mL, 采用超声方法进行处理, 结果表明, 以甲醇超声测得丁香酚含量最高, 故选择以甲醇作为超声溶剂。同时还考察了甲醇的加入量, 曾分别选择加入 10mL、20mL、30mL, 测定后表明当加入量为 10mL 时, 丁香酚含量较 20mL 及 30mL 低, 而 20mL 与 30mL 丁香酚含量相当, 为节省溶剂选择加入甲醇 20mL。同理考察了超声时间, 曾选择 20min、30min、40min。结果以 30min 效果最佳。

[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, 2000. 3.