

# 胃肠舒胶囊定性定量方法的研究

谢友良, 曾惠芳, 李俊哲, 苏子仁  
(广州中医药大学, 广东 广州 510405)

**摘要:** 目的: 建立胃肠舒胶囊的定性定量方法。方法: 采用 TLC 法对胃肠舒胶囊进行鉴别; 采用 HPLC 法测定有效成分含量。结果: TLC 可鉴别出与葛根、陈皮、厚朴、丁香、广藿香、苍术、甘草等药材相对应的斑点; HPLC 法可测定出葛根素、橙皮苷、丁香酚、和厚朴酚、厚朴酚的含量。结论: 所建立的定性定量方法简便可行、重复性好, 可作为胃肠舒胶囊的质量监控。

**关键词:** 胃肠舒胶囊; 质量标准; TLC; HPLC

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)01-0003-03

## Study on Quality Standard of Weichangshu Capsule

XIE You-liang, ZENG Hui-fang, LI Jun-zhe, SU Zi-ren

(Guangzhou University of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510405, China)

**Abstract:** Objective: To establish a quality standard of Weichangshu capsule. Methods: Weichangshu Capsule was identified by TLC; the effective components in Weichangshu Capsule were determined by HPLC. Results: The relevant spots in Radix Puerariae, Pericarpium Citri Reticulatae, Cortex Magnoliae Officinalis, Flos Carvophylli, Herba Pogostemonis, Rhizoma Atractylodis, and Radix Glycyrrhizae were identified by TLC; the content of puerarin, hesperidin, eugenol, honokiol and magnolol could be determined by HPLC. Conclusion: The quality standard is simple, feasible and repeatable, it can be used as quality supervisory control in Weichangshu Capsule.

**Key words:** Weichangshu Capsule; quality standard; TLC; HPLC

胃肠舒胶囊由厚朴、广藿香、苍术、丁香、陈皮、葛根、甘草等组成, 具有化湿健脾, 宽胸消胀的功效, 用于治疗脾胃湿盛引起的不思饮食, 胃寒腹痛, 脘腹胀满, 恶心呕吐, 吞酸暖气。本文结合药典<sup>[1]</sup>中各味药材的 TLC 鉴别方法, 采用 TLC、HPLC 方法对其定性定量的方法进行研究。

## 1 仪器与试剂

DIONEX SUMMIT 高效液相色谱仪(配有 PDA-100 检测器、STH585 柱温箱、P680HPLC 泵、ASF-100 自动进样器), Chromeleon 色谱工作站, KQ3200DE 型医用数控超声仪(昆山市超声仪器有限公司); 葛根素(含测用, 752-200108)、橙皮苷(含测用, 0721-200010)、丁香酚(含测用, 0725-200008)、厚朴酚(含测用, 0729-200006)和厚朴酚(含测用, 0730-9204)、百秋李醇(供鉴别用, 772-200003), 由中国药品生物制品检定所提供。甲醇(色谱纯, Merck 公司), 超纯

水; TLC 所用试剂均为分析纯; 硅胶 GF254, 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工分厂)。胃肠舒胶囊。

## 2 定性鉴别

**2.1 厚朴的鉴别** 取胃肠舒胶囊内容物 1g, 加醋酸乙酯 5mL, 密塞, 浸泡 24h, 滤过, 滤液作为供试液; 同法制备药材样品溶液、缺厚朴样品溶液; 另取对照品厚朴酚、和厚朴酚适量, 加醋酸乙酯制成 1mg/mL 的对照品溶液。吸取上述溶液各 3 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 GF254 薄层板上, 以苯-甲醇(22:1)为展开剂, 展距 8cm, 取出, 晾干, 置紫外灯(254nm)下检视。供试品色谱中, 在与厚朴对照药材, 厚朴酚、和厚朴酚对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点; 缺厚朴样品溶液未见上述斑点。

**2.2 广藿香的鉴别** 取 2.1 项下的供试品溶液, 作为供试品溶液; 同法制备缺广藿香样品溶液; 取广藿香油, 加醋酸乙酯溶解稀释, 制成 50 $\mu$ L/mL 药材对照溶液; 另取百秋李醇对照品加醋酸乙酯制成 1mg/mL 的对照品溶液。吸取上述溶液各 2 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-醋酸乙酯-冰醋酸(95:5:0.5)为展开剂, 展距 8cm, 取出, 晾干,

喷以 5% 三氯化铁乙醇溶液, 加热至斑点清晰, 供试品色谱中, 在与药材对照液和对照品色谱相应的位置上, 显相同的紫蓝色斑点; 缺广藿香样品溶液未见上述斑点。

**2.3 苍术、丁香的鉴别** 取 2.1 项下的供试品溶液, 作为供试品溶液; 同法制备苍术、丁香对照药材溶液, 缺苍术、缺丁香样品溶液。吸取上述溶液各 3 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-醋酸乙酯(9: 1) 为展开剂, 展距 8cm, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 加热至斑点显色清晰, 供试品色谱中, 在与苍术、丁香对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点; 缺苍术样品、缺丁香样品未见上述斑点。

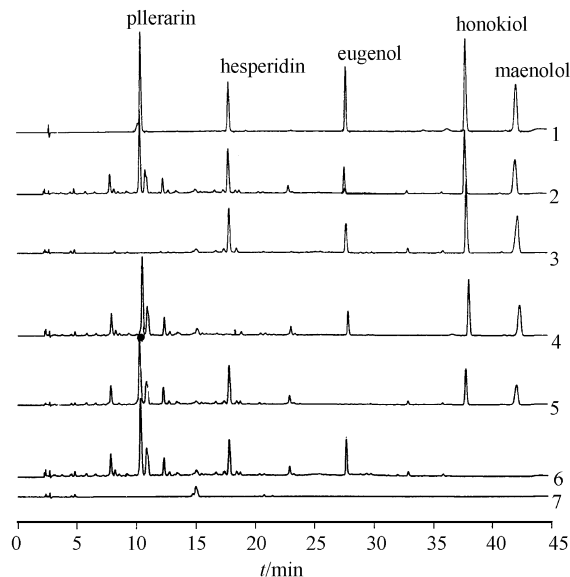
**2.4 陈皮、葛根的鉴别** 取胃肠舒胶囊内容物 1g, 加水 50mL, 超声提取 15min, 滤过, 滤液加入 D101 大孔树脂柱(1.2cm  $\times$  10cm) 中, 水 100mL 洗脱至无色, 再以乙醇 60mL 洗脱至无色, 收集乙醇洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 5mL 溶解, 作为供试品溶液; 另取陈皮、葛根粗粉各 1g, 分别加乙醇 10mL 浸泡 24h, 滤过, 滤液作为对照药材溶液; 同法制备缺陈皮样品溶液, 缺葛根样品溶液; 分别取橙皮苷、葛根素对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。吸取上述溶液各 4  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以丁酮-醋酸乙酯-水(10: 1: 0.8) 为展开剂, 展距 8cm, 取出, 晾干, 在紫外灯(365nm) 下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材和对照品色谱相应的位置上, 显相同的荧光斑点; 缺陈皮样品溶液、缺葛根样品溶液未见上述相应斑点。

**2.5 甘草的薄层鉴别** 取 2.4 项下的供试品溶液, 作为供试品溶液。另取甘草药材粗粉 1g, 加乙醇 10mL 浸泡 24h, 滤过, 滤液作为对照药材溶液。同法制备缺甘草样品溶液; 吸取上述溶液各 4 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15: 1: 1: 2) 为展开剂, 展距 8cm, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点清晰, 置紫外灯(365nm) 下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的蓝白色荧光斑点; 缺甘草样品未见上述斑点。

### 3 含量测定

**色谱条件与系统适用性试验** 色谱柱: Phenomenex Luna C<sub>18</sub>(2) (4.60mm  $\times$  250mm, 5 $\mu$ m); 甲醇-水为流动相梯度洗脱(0min~ 30min, 甲醇浓度由 25% 递升至 75%; 30min~ 40min, 甲醇浓度由 75% 递

升至 80%; 40min~ 45min, 甲醇浓度由 80% 递减至 25%; 每次进样间隔 10min); 检测波长为 283nm; 理论塔板数均不低于 10000。色谱图见图 1。



1. 对照品; 2. 样品; 3. 缺葛根样品; 4. 缺陈皮样品; 5. 缺丁香样品; 6. 缺厚朴样品; 7. 缺葛根、陈皮、丁香、厚朴样品

图 1 胃肠舒胶囊中葛根素、橙皮苷、丁香酚、和厚朴酚、厚朴酚 HPLC 图谱

**对照品溶液的制备** 分别精密称取对照品葛根素、橙皮苷、丁香酚、厚朴酚、和厚朴酚适量, 甲醇溶解定容, 分别制成浓度为 1mg/mL 的单一对照品贮备液, 各储备液制成不同浓度的对照品混合液。

**供试品溶液的制备** 取本品内容物约 0.25g, 精密称定, 置锥形瓶中, 精密加入甲醇 50mL, 摇匀, 密塞, 称重, 超声提取 20min, 放冷, 称重, 用甲醇补足减失的重量, 滤过, 取续滤液过 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜, 即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液 10 $\mu$ L, 供试品溶液 10 $\mu$ L, 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积计算含量, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果(n= 3)

批号	葛根素 (%)	橙皮苷 (%)	丁香酚 (%)	和厚朴酚 (%)	厚朴酚 (%)
20030526	1.47	1.13	1.88	0.56	0.60
20030527	1.46	1.12	2.03	0.58	0.63
20030528	1.46	1.13	2.05	0.58	0.63

### 4 讨论

本品处方由多味中药组成, 组分复杂, 影响鉴别的干扰因素较多。本文针对被检药材主要成分的特性, 样品处理分为挥发性部分与非挥发性部分, 进行薄层层析, 结果显示重现性好, 阴性对照无干扰, 可鉴别出厚朴、广藿香、苍术、丁香、葛根、陈皮、甘草等

药材的薄层特征斑点,可供复方制剂进行质量控制和质量标准修订参考。

采用 HPLC 法对其中的厚朴、葛根、丁香、陈皮的主要成分进行了含量测定方法学考察,各成分线性良好,相关系数  $r$  均在 0.9999 以上;精密度、稳定性、重复性的 RSD 均在 2% 以内;加样回收率均在

99% 至 102% 之间, RSD 均小于 2%。本含测方法可用于胃肠舒胶囊的质量控制和质量标准。

#### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2000 版. 一部 [S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 3-4, 33-34, 64-66, 127-128, 148-149, 204-205, 273-274.