

香砂养胃丸(浓缩丸)中厚朴酚与和厚朴酚的含量测定

赵小磊, 陈 蕴, 刘 超, 龚立雄, 王 林
(河南省中药研究所, 河南 郑州 450004)

摘要:目的: 建立香砂养胃丸(浓缩丸)中厚朴酚与和厚朴酚的含量测定方法。方法: 反相高效液相色谱法。采用 ODS C₁₈ 柱, 流动相为甲醇-水(70:30), 流速为 1.0mL/min, 波长为 294nm。结果: 厚朴酚与和厚朴酚线性范围分别为 0.235~1.410 μ g($r=0.9998$)和 0.358~2.148 μ g($r=0.9997$), 平均加样回收率分别为 99.42%(RSD 为 0.66%)和 97.15%(RSD 为 1.04%)。结论: 该方法为香砂养胃丸(浓缩丸)的质量控制提供了依据。

关键词: 香砂养胃丸(浓缩丸); 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: A 文章编号: 1005-9903(2004)06-0017-02

Determination of magnolol and honokiol in XIANGSHA YANGWEI GRANULES by RP-HPLC

ZHAO Xiao-lei, CHEN Yun, LIU Chao, GONG Li-xiong, WANG Lin

(Henan Institute of Chinese Materia Medica, Zhengzhou Henan 450004, China)

Abstract Objective: To establish a method to determine the contents of magnolol and honokiol in XIANGSHA YANGWEI GRANULES by RP-HPLC. Method: A ODS column was used. The mobile phase was methanol-water (70:30). The flow rate was 1.0mL/min and the detective wavelength was 315nm. Results: Linear range of magnolol and honokiol were 0.235~1.410 μ g($r=0.9998$) and 0.358~2.148 μ g($r=0.9997$), respectively. The average recoveries were 99.42%(RSD was 0.66%) and 97.15%(RSD was 1.04%), respectively. Conclusion: The method was accurate and reliable.

Key words: XIANGSHA YANGWEI GRANULES; magnolol; honokiol; RP-HPLC

香砂养胃丸(浓缩丸)收载于部颁药品标准(WS_{3-B-2196-96}),由木香、砂仁、陈皮、厚朴、香附、枳实等组成,原质量标准无含量测定。厚朴含厚朴酚及和厚朴酚等成分,文献报道多采用 HPLC 法^[1,2]。为控制产品质量,根据本品的功能主治,采用反相 HPLC 法测定了制剂中厚朴酚与和厚朴酚的含量。

1 仪器、试剂及样品

仪器: Waters 液相色谱仪, 481 紫外检测器, 510 泵(美国), Echrom98 色谱工作站(大连依利特)。试剂: 色谱纯甲醇(上海陆忠); 水为乐百氏纯净水(广东乐百氏, 规格 550mL, 批号: 20020406); 厚朴酚、和厚朴酚对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0729-200107、0730-9204); 其他试剂均为分析纯。样品: 苏州长甲药业有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 ODS C₁₈ 色谱柱(4.6mm × 200mm, 5 μ m)(大连依利特); 流动相为甲醇-水(70:30); 流速 1.0mL/min; 柱温 25℃; 检测波长为 294nm; 进样量

10 μ L。理论板数按厚朴酚峰和和厚朴酚峰计算应不低于 2000。该条件下对照品及样品的色谱峰基本达到基线分离, 空白无干扰。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取厚朴酚对照品 7.38mg, 置 25mL 棕色量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 精密吸取 3mL, 稀释至 10mL, 即得(每 1mL 中含厚朴酚的 0.0940mg)。

精密称取和厚朴酚对照品 3.58mg, 置 25mL 棕色量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(每 1mL 中含和厚朴酚 0.1432mg)。

2.3 供试品溶液的制备 取本品细粉约 1.27g(相当原药材 3g), 精密称定, 置 25mL 棕色量瓶中, 加甲醇约 25mL, 超声处理 50min, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 放置, 取上清液, 过 0.45 μ 滤膜, 即得。

2.4 空白对照溶液的制备 取缺厚朴的空白样品, 照制剂供试溶液制备方法制备。

2.5 线性关系考查 取浓度为 0.1432mg/mL 的和厚朴酚对照品溶液和浓度为 0.0940mg/mL 的厚朴酚对照品溶液分别进样 2.5、7.5、10、12.5、15 μ L, 在前述色谱条件下进行分析, 记录色谱峰面积, 在下述浓

度范围内, 色谱峰面积与各成分的量呈线性关系。

回归方程为: 厚朴酚 $Y = 1266.10X + 4.6111$, $r = 0.9998$, 浓度范围为 0.2350~ 1.4100 μg 。和厚朴酚 $Y = 932.95X + 12.4990$, $r = 0.9997$, 浓度范围为 0.3580~ 2.1480 μg 。

2.6 精密度试验 取供试品溶液重复进样 5 次, 进样量 10mL, 测定峰面积。结果: 样品厚朴酚峰面积的 RSD= 1.08%, 和厚朴酚峰面积的 RSD= 0.83%, 说明精密度良好。

2.7 稳定性试验 取供试品溶液按 0.1 2 3 4 24、48h 进样, 测定峰面积。结果: 样品厚朴酚峰面积的 RSD= 0.92%, 和厚朴酚峰面积的 RSD= 1.04%, 说明稳定性良好。

2.8 重复性试验 称取样品 1.27g 5 份, 依法分别制得样品溶液, 进样 10mL, 测定峰面积, 样品厚朴酚含量为 1.9400mg/g, RSD= 1.95%, 和厚朴酚含量为 2.6960, RSD= 2.54%, 说明重复性良好。

2.9 回收率试验 精密称取已知含量的样品 0.20g 5 份, 置 10mL 量瓶中, 加厚朴酚对照品 0.4690mg、和厚朴酚对照品 0.5730mg, 加甲醇近刻度, 超声 50min, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 取上清液, 过 0.45 μ 滤膜, 进样 10mL, 依法测定。厚朴酚加样平均回收率为 99.42%, RSD= 0.66%, 和厚朴酚加样平均回收率为 97.15%, RSD= 1.04%。结果见表 1 2。

表 1 厚朴酚加样回收试验结果

| 称样量 (g) | 样品含量 (mg) | 对照品加入量 (mg) | 测得量 (mg) | 回收率 (%) | 平均值 (%) | RSD (%) |
|---------|-----------|-------------|----------|---------|---------|---------|
| 0.2027 | 0.4130 | 0.4690 | 0.8820 | 100.00 | | |
| 0.2046 | 0.4169 | 0.4690 | 0.8825 | 99.28 | | |
| 0.2045 | 0.4167 | 0.4690 | 1.0850 | 98.70 | 99.42 | 0.66 |
| 0.2015 | 0.4105 | 0.4690 | 0.8804 | 100.19 | | |
| 0.2021 | 0.4118 | 0.4690 | 0.8758 | 98.93 | | |

表 2 和厚朴酚加样回收试验结果

| 称样量 (g) | 样品含量 (mg) | 对照品加入量 (mg) | 测得量 (mg) | 回收率 (%) | 平均值 (%) | RSD (%) |
|---------|-----------|-------------|----------|---------|---------|---------|
| 0.2027 | 0.5309 | 0.5730 | 1.0899 | 97.56 | | |
| 0.2046 | 0.5359 | 0.5730 | 1.0891 | 96.55 | | |
| 0.2045 | 0.5356 | 0.5730 | 1.0850 | 95.88 | 97.15 | 1.04 |
| 0.2015 | 0.5278 | 0.5730 | 1.0925 | 98.55 | | |
| 0.2021 | 0.5293 | 0.5730 | 1.0855 | 97.07 | | |

2.10 样品含量测定 精密称取样品 1.27g, 依法制备和测定, 结果见表 3。

表 3 香砂养胃丸中厚朴酚与和厚朴酚含量测定 (n=2) (mg/g)

| 样品批号 | 厚朴酚含量 | | 平均值 | 和厚朴酚含量 | | 平均值 |
|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 021220 | 2.1534 | 2.1851 | 2.1692 | 2.8087 | 2.8125 | 2.8106 |
| 021221 | 2.0299 | 2.0448 | 2.0374 | 2.6171 | 2.6213 | 2.6192 |
| 021222 | 1.9387 | 1.9587 | 1.9487 | 2.6050 | 2.6667 | 2.6359 |

3 讨论

3.1 测定波长的选定 参考中国药典 2000 年版一部厚朴项下方法, 本品的测定波长选定为 294nm。

3.2 流动相的选定 参考中国药典 2000 年版一部厚朴项下测定方法中的流动相, 通过在上述流动相的基础上经过筛选, 确定本方法的流动相为甲醇-水 (70:30), 分离度达到 1.5 以上。

3.3 提取方法的选择 称取同一批号的样品 1.26g 18 份, 均平行 2 份, 其中 6 份分别回流提取 1.2 3h, 10 份分别超声提取 20 30 40 50 60min, 依法制备样品溶液; 另 2 份冷浸 24h。依法测定, 取峰面积平均值。结果表明以超声 50min 为最好。文献报道有多种提取方法^[1-3], 经比较, 超声提取 50min 的峰面积为 1396.10, 与回流提取 2~ 3h 的峰面积相当, 50min 以上峰面积不在增加, 而冷浸提取不完全, 峰面积为 982.17。

3.4 厚朴的主要成分厚朴酚与和厚朴酚互为异构体, 因产地不同两者的含量比例会有一些变化^[4], 故制定复方制剂标准时测定了两者的含量。

参考文献:

[1] 周羽琪, 张建民, 高家坚. HPLC 法测定开胸顺气胶囊中厚朴酚与和厚朴酚的含量[J]. 中成药, 2002, 24(2): 93.

[2] 胡旭佳, 郭毅新, 何红. HPLC 法测定顺气胃康胶囊中和厚朴酚与厚朴酚的含量[J]. 中国中药杂志, 2002, 27(6): 467.

[3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 一部, 204.

[4] 中国药品生物制品检定所. 中药鉴别手册[M]. 北京: 科学出版社, 1994. 第三册, 323.