

# 高效液相色谱法测定牙可喜片中厚朴酚、和厚朴酚的含量

李长春, 张金英(河南省宛西制药股份有限公司, 西峡 474550)

中图分类号: R284.2 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)05-0011-02

牙可喜片是由厚朴、金银花、黄芪等9味中药组成, 为我公司的新产品, 具有清热除湿, 补肾建齿, 清洁口腔, 保护牙齿之功效。其中厚朴为方中君药, 而厚朴酚与和厚朴酚是厚朴的主要有效成分, 具有抗菌消炎的功能, 因此, 测定厚朴酚、和厚朴酚的含量对控制产品质量, 确保临床疗效具有重要意义。本文以厚朴酚、和厚朴酚为质量控制指标, 建立了高效液相色谱法测定牙可喜片含量的方法, 该法操作简便, 结果准确, 具有良好的重现性。

## 1 仪器、试剂

**1.1 仪器** 美国惠普 HP-1100 高效液相色谱仪(检测器: G1314A UV-VIS 检测器)。日本岛津 UV-260 紫外可见分光光度计。

**1.2 试剂** 乙腈为色谱纯(浙江黄岩), 醋酸为优级纯(北京化工厂), 水为高纯水(自制), 厚朴酚、和厚朴酚对照品(中国药品生物制品鉴定所)。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱分析条件** ODS 柱(5 $\mu$ m, 250mm  $\times$  4mm); 流动相: 乙腈-水-醋酸(70: 30: 1); 柱温 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 254nm; 流速 1ml/min。

**2.2 可行性试验** 取对照品溶液, 用流动相稀释后, 用 UV-260 型紫外分光光度计测定, 厚朴酚与和厚朴酚在 254nm 波长处均有良好吸收, 故测定波长选为 254nm。

按处方配比制备不含厚朴的牙可喜片阴性样品, 称取牙可喜片样品及相当量的阴性样品, 按样品含量测定项下方法, 分别进行提

取, 制成样品和阴性样品溶液。吸取对照品溶液、牙可喜片样品溶液, 不含厚朴酚的阴性样品溶液, 各进样 10 $\mu$ l, 结果见图 1、图 2、图 3。由图可知, 阴性样品在 254nm 处无干扰峰, 即牙可喜片中其它成分对厚朴酚、和厚朴酚含量的测定没有影响。

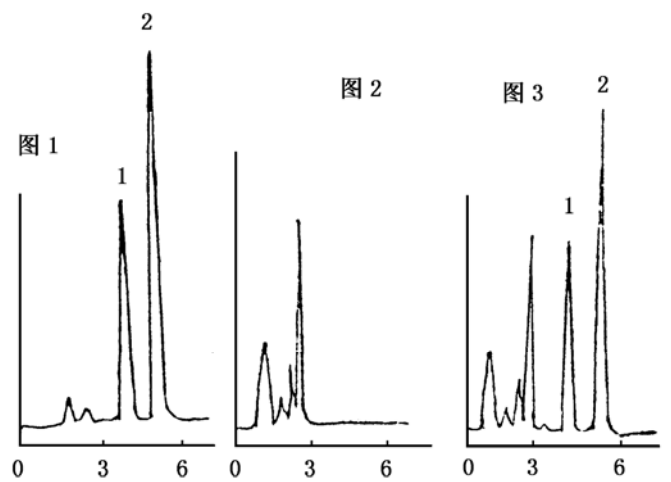


图 1 厚朴酚、和厚朴酚 图 2 牙可喜片阴性对照 图 3 牙可喜片

1. 和厚朴酚 2. 厚朴酚

**2.3 线性关系考察** 分别精密称取厚朴酚、和厚朴酚对照品适量加甲醇制成含厚朴酚 2mg/ml, 和厚朴酚 1mg/ml 的对照品溶液。精密量取厚朴酚、和厚朴酚对照品溶液 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 $\mu$ l, 每一浓度进样三次, 自动计算峰面积, 以峰面积值对进样浓度进行回归处理, 其回归方程为:  $Y_{厚} = 153.16 + 960x$ ,  $r = 0.9994$ ;  $Y_{和} = 599.9 + 1849.49x$ ,  $r = 0.9998$ 。进样量厚朴酚 4~ 20 $\mu$ g、和厚朴酚 2~ 10 $\mu$ g 范围内, 峰面积值与进样量呈良好的线性关系。

**2.4 精密度试验** 取厚朴酚、和厚朴酚对照品溶液重复进样 5 次, 求得  $RSD_{厚} = 1.34\%$ ,

$RSD_{和} = 1.03\%$ 。

**2.5 重复性试验** 取牙可喜片样品溶液, 重复进样 5 次, 求得  $RSD_{厚} = 1.53\%$ ,  $RSD_{和} = 1.08\%$ 。

**2.6 加样回收率试验** 精密称取已知含量的同一批号样品, 精密加入适量的厚朴酚、和厚朴酚对照品, 混合均匀, 按样品测定项下方法操作, 依法测定。结果厚朴酚平均回收率为 99.7%,  $RSD 1.15\%$ ; 和厚朴酚平均回收率为 100.3%,  $RSD 2.25\%$ 。见表 1。

表 1 回收率测定结果

加入量(mg)		测得含量(mg)		回收率(%)	
厚朴酚	和厚朴酚	厚朴酚	和厚朴酚	厚朴酚	和厚朴酚
4.15	1.63	4.20	1.60	101.2	98.2
4.15	1.63	4.11	1.68	99.0	103.1
4.15	1.63	4.09	1.61	98.6	98.8
4.15	1.63	4.14	1.65	99.8	101.2

**2.7 样品测定** 精密称取牙可喜片约 2g, 加 20ml 蒸馏水溶解, 用盐酸调 pH2~ 3, 用氯仿提取 3 次, 每次 20ml, 合并氯仿液, 蒸干, 残渣用甲醇溶解, 转移到 10ml 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜过滤, 进样 10 $\mu$ l, 记录色谱峰面积, 外标法计算含量。结果见表 2。

表 2 样品测定结果

样品批号	厚朴酚含量(%)				和厚朴酚含量(%)			
	1	2	3	平均	1	2	3	平均
990501	0.885	0.810	0.840	0.845	0.265	0.310	0.270	0.285
990502	0.842	0.816	0.835	0.831	0.280	0.300	0.320	0.300
990503	0.821	0.819	0.780	0.807	0.265	0.290	0.310	0.290

### 3 讨论

**3.1 牙可喜片组分多, 干扰大, 测定厚朴酚、和厚朴酚所用流动相有多种, 经试验流动相以乙腈-水-醋酸(70: 30: 1)为最佳, 可很好分离厚朴酚和其异构体和厚朴酚, 从而保证方法可靠, 重现性好。**

**3.2 采用本法测定牙可喜片中厚朴酚与和厚朴酚含量, 具有操作简单、重现性好, 结果准确可靠等优点, 便于控制和提高产品质量。**

#### 参考文献:

- [1] 王喜军. 高效液相色谱在中药研究中的应用 [M]. 黑龙江: 科学技术出版社, 1994. 196.
- [2] 徐礼葵, 沙世炎, 曾纪琰, 等. 中草药有效成分分析法 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1984. 221.
- [3] 刘本. 超临界流体提取中药中的厚朴酚 [J], 中成药, 1999, 7: 331.