

薄层色谱-紫外分光光度法测定痞满消冲剂 中厚朴酚及和厚朴酚的含量

陈随清¹, 王 莉¹, 白氏庆²

(1. 河南中医学院, 郑州 450003; 2. 河南省医药学校, 开封 475001)

关键词: 薄层色谱-紫外分光光度法; 厚朴酚; 和厚朴酚

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)04-0008-02

痞满消冲剂系由党参、半夏、厚朴、麦芽、黄连、干姜、莪术、苏梗 8 味中药精制加工而成。具有健脾理气、消痞除满之功效, 临床用于治疗虚实相兼、寒热错杂型痞满(慢性浅表性胃炎), 疗效良好。方中臣药厚朴主含厚朴酚及和厚朴酚, 药效学研究表明对胃粘膜溃疡有较好的治疗作用。文献报道厚朴酚及和厚朴酚的含量测定方法有薄层扫描法^[1]、气相色谱法^[2]、高效液相色谱法^[3]。本文采用薄层-紫外分光光度法测定了该制剂中厚朴酚及和厚朴酚的含量, 以控制产品的内在质量。现报道如下。

1 仪器及试剂

紫外分光光度计(日本岛津 UV2201) 紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂)。厚朴酚、和厚朴酚对照品(中国药品生物制品检定所)。硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂)。试剂均为分析纯。

痞满消冲剂(河南中医学院一附院制剂室)。阴性对照品(本院实验室自制)。药材: 厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils, 党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf., 半夏 *Pinellia ternata* (Thunb.) Breit., 黄连 *Coptis chinensis* (Franch.), 干姜 *Zingiber officinale* Rose., 莪术 *Curcuma phaeocaulis* Valetton. 紫苏梗 *Perilla frutescens* (L.) Britt., 麦芽 *Hordeum vulgare* L. 均由本院中药鉴定教研

室鉴定。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 分别精密称取厚朴酚(1.560mg)、和厚朴酚(1.044mg)对照品, 加乙醇 100ml 溶解并稀释成 15.60 μ g/ml、10.44 μ g/ml 的溶液, 即得。

2.2 供试品溶液及缺厚朴阴性对照溶液的制备 称取痞满消冲剂约 6g, 研碎, 精密称定, 精密加入乙醇 25ml, 精密称重, 水浴加热回流 1h, 放冷, 称重, 并加乙醇补足减失的重量, 滤过, 弃去初滤液, 收集续滤液。另取缺厚朴的阴性对照品约 6g, 同法制备, 收集续滤液。精密量取 2 种续滤液各 100 μ l, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上, 使成条状, 在供试品条斑侧 1.5cm 处点厚朴酚及和厚朴酚的混合对照品溶液(每 1ml 各含 1mg) 5 μ l 作对照, 以苯-甲醇(9:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视, 分别刮取与厚朴酚、和厚朴酚对照品相应位置上的条斑, 置 10ml 离心管中; 同时刮取阴性对照品位置上与供试品条斑等面积的硅胶 GF₂₅₄, 置另一个 10ml 离心管中, 各管均精密加入乙醇 10ml, 搅拌 10min, 离心。取上清液分别作为供试品溶液和阴性对照品溶液。

2.3 线性化范围试验 分别精密吸取不同量的厚朴酚、和厚朴酚的对照品溶液, 加乙醇稀释至一定浓度, 在 294nm 处测定吸收度。以吸收度为纵坐标, 样品溶液浓度为横坐标

绘制标准曲线,得一条直线。数据经回归分析:厚朴酚: $Y = -0.0070 + 0.0594X$ $r = 0.9991$,线性化范围为: $5.20 \sim 15.60 \mu\text{g/ml}$;和厚朴酚: $Y = -0.0236 + 0.0719X$, $r = 0.9999$,线性化范围为: $3.48 \sim 10.44 \mu\text{g/ml}$ 。

2.4 精密度试验 在硅胶 GF₂₅₄板上点5个样品条斑。按2.2项制备样品溶液。并测定吸收度,计算样品溶液的浓度,厚朴酚: $RSD = 1.39\%$ ($n = 5$),和厚朴酚 $RSD = 1.05\%$ ($n = 5$)。

2.5 稳定性试验 取同一供试品溶液,每隔30min测定一次吸收度,计算供试品溶液的浓度,结果见表4,厚朴酚: $RSD = 1.37\%$ ($n = 5$),和厚朴酚 $RSD = 2.69\%$ ($n = 5$)。结果表明,供试品溶液在2h内测定,结果稳定。

2.6 重复性试验 精密称取同一批号样品5份,按2.2项下制备样品溶液,在紫外分光光度计上测定吸收度,计算样品中厚朴酚、和厚朴酚的含量,结果,厚朴酚: $\bar{x} = 0.358\%$ ($n =$

5), $RSD = 2.06\%$ ($n = 5$);和厚朴酚: $\bar{x} = 0.271\%$ ($n = 5$), $RSD = 2.68\%$ ($n = 5$)。

2.7 含量测定 分别称取不同批号样品各约6g,精密称定,按2.2项下制备样品溶液,在紫外分光光度计上测定吸收度,计算样品中厚朴酚、和厚朴酚的含量,结果见表1。

表1 厚朴酚、和厚朴酚含量测定结果

批号	厚朴酚(%) ($n = 3$)	和厚朴酚(%) ($n = 3$)
980301	0.378	0.264
980303	0.391	0.297
980305	0.420	0.279

2.8 回收率测定 分别称取同一批号样品约3g、10份,研碎,精密称定,其中5份分别加入一定量的厚朴酚;另5份分别加入一定量的和厚朴酚,按2.2项下方法制备样品溶液,于紫外分光光度计上测定吸收度,计算样品中厚朴酚或和厚朴酚的含量,结果见表2,按下式计算回收率,厚朴酚回收率为 $\bar{x} = 97.80\%$ ($n = 5$), $RSD = 1.05\%$ ($n = 5$),和厚朴酚回收率为 $\bar{x} = 97.98\%$ ($n = 5$), $RSD = 1.52\%$ ($n = 5$)。

表2 厚朴酚、和厚朴酚回收率测定结果

编号	样品中厚朴酚量(mg)	样品中和厚朴酚量(mg)	添加厚朴酚量(mg)	添加和厚朴酚量(mg)	测得厚朴酚量(mg)	测得和厚朴酚量(mg)	回收率(%, $n = 3$)	
							厚朴酚	和厚朴酚
1	10.85	7.24	6.89	7.63	17.53	14.72	96.97	98.05
2	10.84	7.31	7.72	7.04	18.33	14.20	97.01	97.88
3	10.80	7.40	8.92	7.14	19.62	14.38	98.99	97.80
4	10.81	7.28	9.87	6.52	20.40	13.81	97.16	100.19
5	10.78	7.17	10.88	5.76	21.53	12.70	98.85	95.99

3 小结与讨论

3.1 本文采用的含量测定方法为中国药典收载的方法。实验证明,厚朴酚及和厚朴酚薄层色谱斑点易扩散,采用薄层扫描法测定含量误差较大,本文方法虽然样品液制备较繁杂,但结果稳定可靠,重复性强,可以作为控制该制剂质量的方法。

3.2 商品药材厚朴品种较混乱,不同品种厚朴酚、和厚朴酚含量差别较大,因此,直接影响到产品的质量,实验或生产中应注意。采用

本文含量测定方法测定实验中所用药材,厚朴酚含量2.81%,和厚朴酚含量1.76%。

参考文献:

- [1] 杨建红,韩桂茹,冯丽.开胸顺气丸质量标准研究[J].中国中药杂志,1991,16(11):668.
- [2] 周国平,罗跃华,章光文.午时茶胶囊质量标准研究[J].中国中药杂志,1999,24(4):217.
- [3] 常增荣,周富荣.高效液相色谱法测定保济丸中厚朴酚、和厚朴酚的含量[J].中国中药杂志,1995,20(10):605.