

scale were mainly on color. These results indicated that both the bud and the scale joined the course of dormancy relieving of *Fritillaria thunbergii*, and the adaxial cortex presented an important role in the relation between the bud and the inner tissue in scale.

# 香砂养胃胶囊中厚朴酚的含量测定方法研究

国家医药管理局天津药物研究院(300193)      戴广训\*    唐永华

**摘 要** 采用反相高效液相色谱法,测定中成药香砂养胃胶囊和香砂养胃丸中厚朴酚的含量。以联苯做内标,样品采用热回流甲醇提取,滤膜净化。香砂养胃丸中厚朴酚的含量为 0.26%,香砂养胃胶囊中厚朴酚的含量标准为 3.22%以上。

**关键词** 含量测定    高效液相色谱    香砂养胃胶囊    厚朴酚

香砂养胃丸为 1995 年版中国药典收载,温中和胃,用于不思饮食,呕吐酸水,胃脘满闷,四肢倦怠。处方由木香、砂仁、陈皮、厚朴等组成,采用药粉泛丸,服用量大。我们拟将其改变剂型,制成胶囊剂,以提高疗效,方便服用。处方中含有厚朴,厚朴酚对照品为中国药典收载,考虑可以通过厚朴酚的含量来控制制剂的质量。文献报道了用高效液相色谱法测定一些中成药中厚朴酚的含量<sup>[1~3]</sup>,多数用的是外标法。我们参照吕归宝等测定藿香正气水中厚朴酚的方法<sup>[4]</sup>,用联苯为内标,进行了方法考查,测定了香砂养胃丸和香砂养胃胶囊样品中厚朴酚的含量,表明本方法提高了准确度,操作简便、快速。

## 1 实验材料

仪器:Waters 高效液相色谱仪,510 泵,V6K 手动进样器,441 型紫外检测器,岛津 CR6A 数据处理机。

试剂:分析纯甲醇,优级纯联苯,超纯水。

对照品:厚朴酚购自中国药品生物制品检定所(归一化检查纯度为 98%以上)。

## 2 色谱条件

色谱柱:4.6 mm×250 mm 不锈钢柱,填

料为十八烷基硅烷键合硅胶。

流动相:甲醇-水(78:22),流速 0.6 mL/min,检测波长 254 nm,灵敏度 0.1 AUFS,ATTEN=1,纸速 2 mm/min。经测定,柱效为 7 000 以上,厚朴酚和杂质峰的分度为 2.68。厚朴酚的保留时间为 13.343 min,联苯的保留时间为 17.458 min。

## 3 实验方法

3.1 对照品溶液的制备:称取五氧化二磷真空干燥至恒重的厚朴酚对照品 9.90 mg 置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

3.2 内标溶液的制备:称取恒重的联苯 1.98 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解至刻度,摇匀,作为内标溶液。

3.3 校正因子测定溶液:精密量取对照品溶液 0.8 mL,内标溶液 1 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,备用。

3.4 供试品溶液的制备:取香砂养胃胶囊 10 粒,倾出内容物,研成细粉,精密称取 0.1 g,置 100 mL 圆底烧瓶中,加甲醇 50 mL,置水浴中回流 3 h,取下,冷却。精密量取上清液 1 mL,内标溶液 1 mL,置 10 mL 量瓶中,

\* Address: Dai Guangxun, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, State Pharmaceutical Administration of China, Tianjin

加甲醇至刻度,摇匀,用 0.5  $\mu\text{m}$  滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。

3.5 空白溶液的制备:按处方制备缺厚朴样品,同上述条件处理,作为空白溶液。

分别取对照品溶液,内标溶液,供试品溶液和空白溶液适量,注入色谱仪,记录色谱图。样品加内标的色谱图如图 1,以联苯作内标,与厚朴酚有较好的分离度。

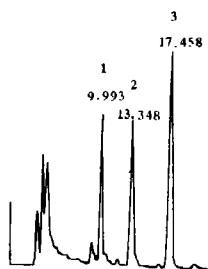


图 1 样品测定图谱

1-和厚朴酚 2-厚朴酚 3-联苯

#### 4 实验结果

4.1 标准曲线的绘制:分别吸取对照品溶液 0.2、0.4、0.8、1.2、1.6 mL,置 10 mL 量瓶中,分别加入内标溶液 1 mL,加甲醇至刻度,摇匀,分别量取 10  $\mu\text{L}$ ,按上述条件进样,测得峰面积。以进样量为横坐标,对照品和内标峰面积之比为纵坐标作图,在进样量为 0.0198~0.1584  $\mu\text{g}$  之间呈良好的线性关系。标准曲线的回归方程为  $Y=11.154X+0.0144$ ,相关系数  $r=0.9999$ 。

4.2 校正因子的测定:量取校正因子溶液 10  $\mu\text{L}$ ,注入色谱仪,重复 12 次。根据峰面积计算校正因子,结果  $\bar{x}=4.42$ ,  $\text{RSD}=0.67\%$ 。

4.3 样品处理方法的考查:取样品以甲醇提取,分别冷浸 24 h,热回流提取 1~4 h。测定结果,冷浸提取不完全,热回流提取 3 h 以上即提取完全。

4.4 稳定性试验:取批号为 940612 的样品,按 3.4 项下操作。精密吸取上清液 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加内标溶液 1 mL,加甲醇至刻度,摇匀,过滤,取续滤液,密闭保存,每隔 2 h 进样,记录峰面积,计算结果表明,样品溶液在 8 h 内稳定。

4.5 重复性试验:取 940612 批样品,重复进行 8 次测定,平均含量  $\bar{x}=4.23\%$ ,  $\text{RSD}=1.03\%$ 。

4.6 回收率试验:取 940612 批样品,精密称取 0.05g,加入对照品,按 3.4 项下操作。取上清液 1 mL,内标溶液 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤,取续滤液 10  $\mu\text{L}$ ,注入色谱仪,记录色谱图。按峰面积以校正因子计算,结果平均值  $\bar{x}=95.54\%$ ,  $S=1.69$ ,  $\text{RSD}=1.77\%$ 。

4.7 样品的含量测定:取样品,按法测定。批号为 940612, 940613, 940614, 含量分别是 4.27%, 3.85%, 3.99%。

4.8 香砂养胃丸的含量测定:取市售香砂养胃丸 10 g,粉碎,精密称取 1.5 g,加甲醇 50 mL 提取,以下按香砂养胃胶囊的测定方法操作。测定结果为含厚朴酚 0.26%。

#### 5 讨论

5.1 药材厚朴中厚朴酚的含量随产地变化比较大。制备香砂养胃胶囊的药材购自天津市药材公司。按本法测定含厚朴酚 5.7%。

5.2 由于所测香砂养胃胶囊的批数较少,待积累一定的数据后,再确定含量标准。根据以上的实验,将香砂养胃胶囊含厚朴酚量暂定为 3.22% 以上。

#### 参考文献

- 1 黄新生,等.中成药,1994,16(6):16
- 2 芦金清,等.时珍国药研究,1992,3(3):113
- 3 史林,等.中草药,1992,23(5):247
- 4 吕归宝,等.中草药,1991,22(4):156

(1997-01-02 收稿)