

## References

- [1] Zhang S, Liu Z H, Huang J A, *et al.* Study on the preparation of high content tea catechins with macroporous adsorption resin [J]. *J Tea Sci* (茶叶科学), 2002, 22(2): 125-130.
- [2] Zhang K D, Xu D M, Wang P. Microencapsulation method [J]. *J Functional Polymers* (功能高分子学报), 2001, 14(4): 474-480.
- [3] Jackson L S, Lee K. Microencapsulated iron for fortification [J]. *J Food Sci*, 1991, 56(4): 1047.
- [4] Guo Y, Xu S Y. Microencapsulation of sodium bicarbonate [J]. *J Wuxi Univ Light Ind* (无锡轻工大学学报), 2001, 20(6): 612-614.
- [5] Fan G L, Qu R L, Zhou W Y, *et al.* The research of microencapsulation of water-soluble vitamin C [J]. *J Tianjin Univ* (天津大学学报), 1996, 29(4): 592-597.
- [6] Guo Y, Xu S Y. Controlled-releasing of camitine microencapsulation [J]. *J Wuxi Univ Light Ind* (无锡轻工大学学报), 2002, 21(2): 160-163.

## HPLC法测定小儿磨积片中厚朴酚的含量

陈 妍<sup>1</sup>, 张国智<sup>2</sup>, 林翠英<sup>3\*</sup>

(1. 天津天士力进出口贸易有限公司, 天津 300402; 2 天津力生制药股份有限公司, 天津 300111; 3 天津中医学院, 天津 300193)

小儿磨积片是由泽泻、山楂、厚朴、干酵母等药组成的中药复方制剂, 具有消食积、和胃止呕、舒气宽胸之功效, 适用于小儿消化不良、停乳呕吐<sup>[1]</sup>。厚朴具有行气消积、燥湿除满的功效, 含有厚朴酚、和厚朴酚、木兰箭毒碱等成分, 其中厚朴酚是有效成分之一<sup>[2]</sup>。厚朴酚的高效液相测定方法报道很多<sup>[3]</sup>, 但关于小儿磨积片的质控方法尚无报道。本实验采用 HPLC 法对小儿磨积片中厚朴酚的含量进行测定。结果表明, 此方法操作简单、准确度高、重现性好。

## 1 试药与仪器

厚朴酚对照品(含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供, 小儿磨积片由天津同仁堂制药厂生产; 甲醇为色谱纯, 乙醇为分析纯, 水为重蒸水。安捷伦公司 HP1100 型高效液相色谱仪, Autoscoence TC100 色谱柱恒温箱, KQ50B 型超声仪。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(75:25); 流速: 1.00 mL/min; 柱温: 30 °C; 紫外检测波长: 294 nm; 理论塔板数按厚朴酚峰计算应不低于 6 000。各成分分离良好(图 1)。

## 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取厚朴酚对照品 15.75 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加 95%乙醇超声溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品储备溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取小儿磨积片适量, 除去糖衣, 研细, 混合均匀。取细粉约 0.3 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 95%乙醇 10 mL, 密

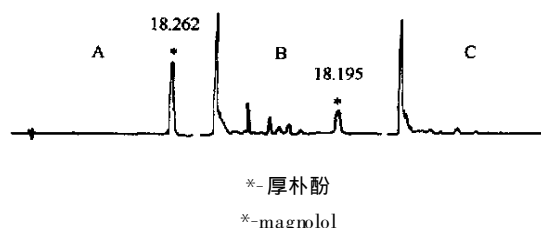


图 1 厚朴酚对照品(A)、小儿磨积片(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC of magnolol (A), Xiao'er Moji Tablet (B), and negative sample (C)

塞, 称定质量, 超声提取 15 min。放至室温, 加 95%乙醇补足减失质量, 摇匀, 离心, 上清液用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备: 按处方自制不含厚朴的小儿磨积片 200 g, 取适量按供试品制备项下方法制备阴性对照溶液。

2.3 标准曲线的制备: 分别精密吸取厚朴酚对照品储备溶液 1.0、2.0、3.0、5.0、8.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 用 95%乙醇稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 5 μL。以厚朴酚浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 进行线性回归, 得回归方程:  $Y = 7\,206.276\,11 X - 8.133\,09$ ,  $r = 0.999\,96$ 。结果表明厚朴酚在 0.032 ~ 0.252 mg/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验: 取小儿磨积片供试品溶液, 进样 5 μL, 连续进样 6 次, 测定厚朴酚峰面积, 计算其 RSD 为 0.89% ( $n = 6$ )。

2.5 稳定性试验: 取小儿磨积片供试品溶液及厚朴酚对照品溶液, 室温放置, 于 1、3、5、7、9 h 进样 5 μL

测定峰面积。结果表明供试品溶液及对照品溶液在 9 h 内基本稳定,以峰面积计算, RSD 分别为 1.20% 和 0.071%。

2.6 干扰性考察: 将阴性对照溶液进样 5  $\mu$ L, 测定, 结果在与厚朴酚对照品相应保留时间的位置无色谱峰。

2.7 重现性试验: 取同一批号小儿磨积片样品, 除去糖衣, 研成细粉, 精密称取 5 份, 按供试品溶液制备项下方法制备供试品溶液, 进样测定, 计算厚朴酚中厚朴酚的含量。结果厚朴酚含量为 1.15 mg/g, RSD 为 1.31%。

2.8 加样回收试验: 取厚朴酚含量为 1.15 mg/g 的小儿磨积片, 除去糖衣, 研成细粉, 精密称取约 0.15 g, 加入相当于原样品中厚朴酚量的 75%、110%、150% 的厚朴酚对照品, 制备供试品溶液, 进样测定, 结果平均回收率为 100.1%, RSD 为 1.79% ( $n=9$ )。

2.9 样品测定: 按供试品溶液制备项下方法制备供试品溶液, 进样 5  $\mu$ L, 按外标法, 以峰面积计算厚朴酚的含量, 结果见表 1。

表 1 小儿磨积片中厚朴酚的测定结果 ( $n=3$ )

Table 1 Magnolol in Xiao'er Moji Tablet ( $n=3$ )

| 批号       | 厚朴酚含量/(mg·g <sup>-1</sup> ) | RSD/% |
|----------|-----------------------------|-------|
| 20030401 | 1.28                        | 0.21  |
| 20030501 | 1.15                        | 0.67  |
| 20030701 | 1.21                        | 0.19  |

3 讨论

本试验对比了甲醇、50% 甲醇、95% 乙醇和 50% 乙醇的提取效果, 确立 95% 乙醇为提取溶剂, 同时调整流动相比比例排除干扰, 使厚朴酚实现基线分离。试验证明, 此方法准确度高、重现性好, 可作为该制剂质量检测的方法, 提高药品质量可控性, 确保临床用药的有效性。

References

[1] Drug Specifications Promulgated by Ministry of Health PRC (中华人民共和国卫生部药品标准) [S]. WS<sub>3</sub>-B-1887-95, 1995.  
[2] Jiangsu New Medical College. Dictionary of Chinese Materia Medica (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1985.  
[3] Zheng H Z. Modern Research and Application of Traditional Chinese Medicine (中药现代研究与应用) [M]. Beijing: Xueyuan Press, 1998.

RP-HPLC法测定山楂提取物中金丝桃苷的含量

张忠会<sup>1</sup>, 秦 婷<sup>2</sup>, 王惠达<sup>2</sup>, 王 栋<sup>3\*</sup>, 元英进<sup>1</sup>

(1. 天津大学化工学院, 天津 300072; 2. 承德颈复康药业集团有限公司, 河北 承德 067000;  
3. 承德医学院, 河北 承德 067000)

山楂为常用中药, 药食同源, 味酸、甘, 性微温, 归脾、胃、肝经。具有消食健胃、行气散瘀的功效, 用于肉食积滞、胃脘胀满、泻痢腹痛、瘀血经闭、产后瘀阻、心腹刺痛、疝气疼痛, 高脂血症<sup>[1]</sup>。山楂中含有黄酮类、三萜酸类等成分。其中山楂黄酮类成分被认为是保护心肌、促进心肌收缩的主要有效成分, 而金丝桃苷有抗心肌缺血损伤、心肌脂质过氧化等作用, 被认为是其中的代表性有效成分。《欧洲药典》规定山楂叶中黄酮类的含量测定采用比色法测定总黄酮, 尚无指标性成分金丝桃苷等的含量测定<sup>[2]</sup>。本实验以金丝桃苷为指标, 建立了山楂提取物的 HPLC 含量测定方法, 并测定了不同批号的山楂提取物中的金丝桃苷的含量, 为山楂提取物及其制剂

的质量控制提供依据<sup>[3,4]</sup>。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10A<sub>VP</sub> 高效液相色谱仪 (包括在线脱气机、二元泵、SPD-M 10A<sub>VP</sub> 二极管阵列检测器, CLASS-VP5.03 软件), Mettler 十万分之一电子分析天平, 超声清洗仪。

金丝桃苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 1521-200202), 山楂提取物由承德颈复康药业集团有限公司雾灵药业公司提供, 乙腈、四氢呋喃为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Intersil ODS-3 C<sub>18</sub> 柱 (250 mm×4.6 mm, 5  $\mu$ m) (GL Science Co. Ltd); 流动相:

\* 收稿日期: 2003-11-13  
作者简介: 张忠会 (1975—), 男, 河北承德人, 工程师, 就职于承德颈复康药业集团有限公司, 从事中药研发, 天津大学工程硕士。  
Tel: (0314) 2153758 E-mail: zzh03076@yahoo.com.cn