

文章编号 1006-8147(2015)02-0180-02

经验交流

简化测定藿香正气水中3种成分的含量

张薇,姚璐

(北京同仁堂股份有限公司科学研究所,北京 100079)

关键词 藿香正气水;高效液相色谱法;厚朴酚;和厚朴酚;橙皮苷

中图分类号 R927.2

文献标志码 B

藿香正气水是夏季常用解暑药物,主要由藿香、苍术、陈皮、厚朴、白芷、茯苓、大腹皮、半夏、甘草、紫苏等中药组成,具有解表化湿、理气和中的功效。用于外感风寒、内伤湿滞或夏伤暑湿所致的感冒,症见头痛昏重、胸膈痞闷、脘腹胀痛、呕吐泄泻;胃肠型感冒见上述证候者。《中国药典》(2010版)采用高效液相色谱法测定厚朴酚及和厚朴酚总量、橙皮苷含量对其进行质量控制^[1]。流动相分别为甲醇-乙腈-水(40:20:40),乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)(20:80);检测波长分别为 294、284 nm。样品的含量测定需要两次仪器测定和两次前处理,且制备方法较繁琐,各不相同。查阅文献,未见同时对藿香正气水中3种成分的定量测定报道及简化研究^[2-3]。本研究参考相关文献^[4-7],采用高效液相色谱(HPLC)梯度洗脱法可同时测定厚朴酚及和厚朴酚总量、橙皮苷含量,并简化了供试品溶液制备方法。

1 试验材料

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 岛津 LC-10AVP 高效液相色谱仪。检测器:SPD-M10A。

1.1.2 药品与试剂 藿香正气水(北京同仁堂科技发展股份有限公司制药厂,批号:0144813、0144814、0144815、1146182、1146183、1146184)。试剂:乙腈-色谱纯(Burdick & Jackson);水-高纯水(实验室自制);其余试剂均为分析纯。对照品:厚朴酚(批号 110729-200309,含量测定用)、和厚朴酚(批号 110730-201112,含量测定用)、橙皮苷(批号 110721-201115,含量测定用)均为中国药品生物制品检定所提供。

1.2 溶液制备

1.2.1 混合对照品溶液的制备 精密称取厚朴酚及和厚朴酚、橙皮苷对照品适量,置于 50 mL 容量瓶

中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,使厚朴酚及和厚朴酚、橙皮苷的浓度分别为 0.252 4、0.214 4、0.238 8 mg/mL,再稀释成 5 倍量体积,即得混合对照品溶液,厚朴酚及和厚朴酚、橙皮苷的浓度分别为 0.050 48、0.042 88、0.047 76 mg/mL。

1.2.2 供试品溶液的制备 取样品溶液适量,混匀,滤过,取续滤液,即得。

2 试验方法与结果

2.1 色谱条件筛选 藿香正气水中3种待测成分使用等度洗脱方法难以达到快速分离目的,使用梯度洗脱方法可对其进行同时测定(图1、2)。色谱条件为:色谱柱为 Waters Symmetry C₁₈(5 μm, 4.6 mm×150 mm);流动相为乙腈:水(5:95~95:5)梯度洗脱;柱温为 35℃;检测波长为 285 nm;流速为 1.0 mL/min。保留时间 $t=28.840$ min 处色谱峰为橙皮苷;保留时间 $t=51.583$ min 处色谱峰为和厚朴酚;保留时间 $t=54.733$ min 处色谱峰为厚朴酚。

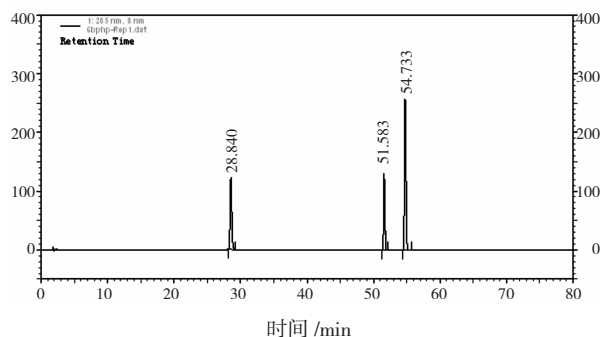


图1 厚朴酚及和厚朴酚、橙皮苷的混合对照品色谱图

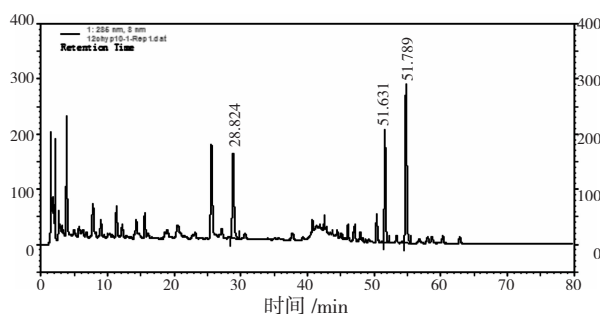


图2 藿香正气水液相色谱图

作者简介 张薇(1980-),女,中级工程师,研究方向:中药质量控制;
E-mail:wheree@sohu.com。

2.2 标准曲线 分别精密吸取混合对照品溶液 0.25、0.75、1.25、3.75、5 mL,置于 5 mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,得系列混合对照品溶液。分别精密吸取各混合对照品溶液 20 μ L,按上述色谱条件分别测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标,橙皮苷、厚朴酚、和厚朴酚进样量为横坐标绘制标准曲线并计算得回归方程: $Y=428\ 982X-15\ 042$, $r=0.999\ 6$,结果表明,橙皮苷在 0.047 76~0.955 2 μ g 范围内线性良好。 $Y=2\ 176\ 641X-12\ 119$, $r=0.999\ 9$,结果表明,厚朴酚在 0.050 48~1.009 6 μ g 范围内线性良好。 $Y=2\ 176\ 641X-12\ 119$, $r=0.999\ 9$,结果表明,和厚朴酚在 0.042 88~0.857 60 μ g 范围内线性良好。

2.3 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 5 μ L,于 0、1、2、4、8、12、24 h 进样 1 次,观察供试品溶液稳定性,计算得到厚朴酚及和厚朴酚总量、橙皮苷含量相对标准偏差 $RSD=1.3\%$ 、 $RSD=2.0\%$ ($n=6$),结果表明,供试品溶液 24 h 内基本稳定。

2.4 重复性试验 按上述色谱条件对同一批号样品(0144813)6 份进行测定,计算得到厚朴酚及和厚朴酚总量平均为 0.96 mg/mL, $RSD=1.7\%$ ($n=6$);橙皮苷含量平均为 0.31 mg/mL, $RSD=1.2\%$ ($n=6$)。结果表明,方法重复性良好。

2.5 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 5 μ L,测定峰面积,结果显示厚朴酚及和厚朴酚总量、橙皮苷的峰面积精密度良好,其 RSD 分别为 0.5%、1.0%。

2.6 回收率试验 采用加样回收法,精密吸取已知含量的同一批号的样品(批号 0144813,厚朴酚含量 0.58 mg/mL、和厚朴酚含量 0.37 mg/mL、橙皮苷含量 0.31 mg/mL)3.00 mL,分别精密加入厚朴酚对照品溶液(1.749 mg/mL)、和厚朴酚对照品溶液(1.113 mg/mL)、橙皮苷对照品溶液(0.948 mg/mL)各 1.00 mL,混匀,按上述条件操作,计算回收率,见表 1。

2.7 样品含量测定 取 6 批藿香正气水,制备供试品溶液,测定厚朴酚及和厚朴酚总量、橙皮苷含量,分别为 0.96、0.31 mg/mL;0.95、0.32 mg/mL;0.96、0.31 mg/mL;0.91、0.25 mg/mL;0.91、0.24 mg/mL;0.89、0.24 mg/mL。

表 1 藿香正气水中 3 种成分的加样回收率试验结果

成分	样品量/ 样品中的 加入量/ 测得量/ 回收率/		平均		RSD/		
	mL	量/mg	mg	mg	%	回收率/%	%
厚朴酚	3.00	1.74	1.749 0	3.474 2	99.15	99.1	1.0
	3.00	1.74	1.749 0	3.477 0	99.32		
	3.00	1.74	1.749 0	3.462 4	98.48		
	3.00	1.74	1.749 0	3.501 3	100.71		
	3.00	1.74	1.749 0	3.473 6	99.12		
	3.00	1.74	1.749 0	3.450 6	97.81		
和厚朴酚	3.00	1.11	1.113 0	2.235 4	101.12	101.1	1.0
	3.00	1.11	1.113 0	2.238 2	101.36		
	3.00	1.11	1.113 0	2.253 1	102.70		
	3.00	1.11	1.113 0	2.220 4	99.76		
	3.00	1.11	1.113 0	2.236 0	101.17		
	3.00	1.11	1.113 0	2.227 8	100.43		
橙皮苷	3.00	0.93	0.948 0	1.865 2	98.65	100.1	0.8
	3.00	0.93	0.948 0	1.885 4	100.78		
	3.00	0.93	0.948 0	1.881 0	100.31		
	3.00	0.93	0.948 0	1.885 2	100.76		
	3.00	0.93	0.948 0	1.882 0	100.42		
	3.00	0.93	0.948 0	1.875 0	99.68		

3 讨论

检测波长的选择,在 200~400 nm 范围内扫描,结果在 285 nm 处 3 种待测成分均有较大吸收,故选择 285 nm 作为检测波长。

色谱柱选择,比较了 Agilent ZORBAX TC-C₁₈、Agilent ZORBAX SB-C₁₈、Waters Symmetry-C₁₈ 3 种色谱柱,结果 Waters Symmetry-C₁₈ 柱分离效果最好。

本试验运用 HPLC 梯度洗脱技术,建立了同时测定藿香正气水中厚朴酚及和厚朴酚、橙皮苷 3 种待测成分含量的方法,并简化了其前处理方法,测定结果重复性好,稳定可靠,可用于藿香正气水的质量控制。

参考文献:

- [1] 中国药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:化学工业出版社,2010: 1233-1234
- [2] 刘征辉,叶挺祥,赵洪芝,等. 藿香正气水指纹图谱及模式识别对质量控制的研究[J]. 药物分析杂志,2012,32(11): 2064
- [3] 杜小伟,常增荣,王京辉,等. 藿香正气水含量测定方法的改进[J]. 中国中医药信息杂志,2005,12(7): 45
- [4] 王婧宁. HPLC 法同时测定大黄、厚朴药对提取物中 7 个成分的含量[J]. 辽宁中医杂志,2014,41(4): 763
- [5] 王蕾. RP-HPLC 法同时测定淫桂通便颗粒中 6 种成分[J]. 中成药,2013,35(2): 293
- [6] 刘宏明. HPLC 法同时测定开胸顺气丸中橙皮苷、和厚朴酚与厚朴酚的含量[J]. 中国药房,2012,23(40): 3825
- [7] 黄澜. 保济丸 HPLC 指纹图谱研究[J]. 海峡药学,2013,25(12): 113

(2014-08-18收稿)