

HPLC测定木香顺气丸中的4种有效成分

孙全明, 朱朝德, 李春雨

(安康市药品检验所, 陕西 安康 725000)

摘要: 目的 采用 HPLC法同时测定木香顺气丸中木香羟内酯、去氢木香羟内酯、厚朴酚和厚朴酚的含量。方法 采用 Kromasil C₁₈ 色谱柱 (250 mm × 4.6 mm, 5.0 μm), 流动相为乙腈 - 甲醇 - 水 (50: 8: 42); 检测波长 210 nm; 流速 1.0 ml min⁻¹。结果 木香顺气丸中 4种指标成分的线性关系良好, r 为 0.9996~ 0.9999, 回收率为 97.49% ~ 100.80%, RSD 为 0.88% ~ 1.77%。结论 所建方法专属性强、重复性好, 可用于木香顺气丸的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 木香顺气丸; 木香羟内酯; 去氢木香羟内酯; 厚朴酚; 和厚朴酚

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006- 0103(2008)02- 0215- 02

Determination of four effective components in Muxiang Shunqi pills by HPLC

SUN Quan-ming ZHU Chao-de LI Chun-yu

(Ankang Institute for Drug Control, Ankang 725000, China)

Abstract **OBJECTIVE** To establish a method for determination of costunolide, dehydrocostusactone, magnolol and honokiol in Muxiang Shunqi pills by HPLC. **METHODS** Kromasil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5.0 μm) was used with the mobile phase consisted of acetonitrile - methanol - water (50: 8: 42). The flow rate was 1.0 ml min⁻¹ with the detection wavelength at 210 nm. **RESULTS** The linear range of the method was 0.9996 to 0.9999. The average recovery was 97.5% - 100.8% with corresponding RSD of 0.88% - 1.77%. **CONCLUSION** The method is specific and repeatable, which can be used for the quality control of Muxiang Shunqi pills.

Key words HPLC; Muxiang Shunqi pill; Costunolide; Dehydrocostusactone; Magnolol; Honokiol

CLC number R917

Document code A

Article ID: 1006- 0103(2008)02- 0215- 02

木香顺气丸为传统中药制剂, 收载于《卫生部药品标准中药成方制剂》第一册, 由木香、砂仁、香附、厚朴、甘草等 10 味中药组成, 具有行气化湿、健脾和胃之功效。文献^[1-4]采用 HPLC 法测定了甘草酸、厚朴酚与和厚朴酚的含量, 但测定君药木香指标成分的方法未见报道。为此, 特测定了木香顺气丸中的 4 种指标成分。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

LC- 2010A HT 型高效液相色谱仪包括 UV - VIS 检测器、LC Solution 色谱工作站 (日本岛津)。甲醇、乙腈为色谱纯; 其余试剂为分析纯; 木香羟内酯、去氢木香羟内酯、厚朴酚、和厚朴酚对照品 (中国药品生物制品检定所); 木香顺气丸样品 (陕西汉王药业有限公司, 批号: 050101, 051003, 060301)。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 色谱柱为 Kromasil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5.0 μm); 流动相为乙腈 - 甲醇 - 水 (50: 8: 42); 流速 1.0 ml min⁻¹; 进样量 10 μl; 柱温

35°C; 检测波长 210 nm。

1.2.2 溶液的制备 分别配制一定浓度木香羟内酯、去氢木香羟内酯、厚朴酚、和厚朴酚对照品的甲醇贮备液。精密量取各贮备液适量, 置同一量瓶中, 加甲醇制成含 4 种成分分别为 25.18, 27.82, 33.73, 19.96 μg ml⁻¹ 的甲醇混合溶液, 作为对照品溶液。取 10 g 木香顺气丸, 研细, 取 2 g 精密称定, 置具塞三角瓶中, 加入 50 ml 三氯甲烷, 超声处理 30 min, 过滤, 药渣加少量三氯甲烷洗涤, 洗涤液并入滤液, 置水浴上蒸干, 残渣加适量甲醇分次溶解, 并移至 50 ml 量瓶中, 加甲醇定容, 过滤, 续滤液作为供试品溶液。另按处方分别制备缺木香和缺厚朴的木香顺气丸, 同法制得阴性对照溶液。

1.2.3 方法的专属性考察 分别取对照品、供试品和阴性对照溶液各 10 μl 进样, 色谱图见图 1。木香顺气丸中的 4 种指标成分与其他成分能完全分离, 阴性对照无干扰。

1.2.4 线性试验 分别精密量取“1.2.2”项下各贮备液适量, 置同一量瓶中, 加甲醇定容, 制成含 4 种成分分别为 100.72, 111.28, 134.92, 79.82 μg ml⁻¹ 的混合对照品溶液, 采用等比稀释法制成系列

浓度的溶液,在“1.2.1”项色谱条件下,取 10 μ l 进样,记录色谱峰面积。以峰面积为纵坐标,对照品浓

度为横坐标,进行线性回归。在试验范围内,各组分线性关系良好,回归方程及相关系数见表 1。

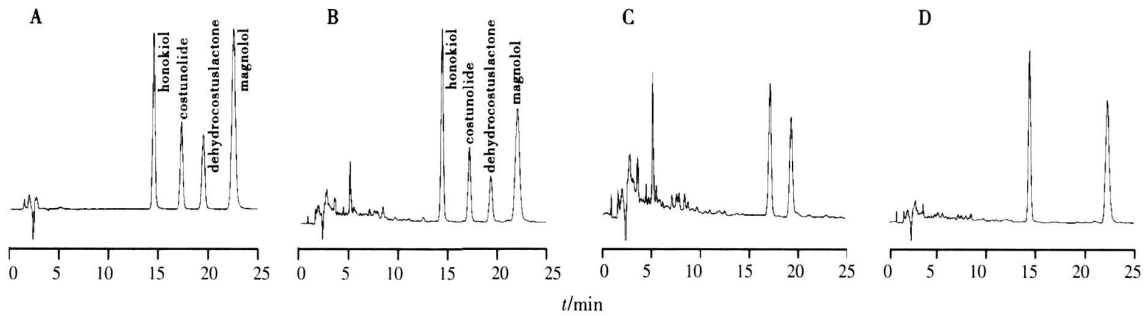


图 1 对照品(A)、供试品(B)、缺厚朴阴性对照(C)、缺木香阴性对照(D)溶液的 HPLC 色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms of standard solution(A), sample solution(B), negative sample solutions without *officinal Magnolia Bark*(C) and blank solutions without *costus root*(D)

表 1 各组分线性关系的测定结果

Table 1 Linearity of each component

Components	Regression equation	r	Linear range/ $\mu\text{g mL}^{-1}$
Costunolide	$A = 4.37 \times 10^4 C + 1.59 \times 10^4$	0.9996	6.30–100.72
Dehydrocostus lactone	$A = 3.81 \times 10^4 C + 4.53 \times 10^4$	0.9999	6.96–111.28
Magnolol	$A = 9.97 \times 10^4 C - 4.79 \times 10^4$	0.9999	8.43–134.92
Honokiol	$A = 1.02 \times 10^5 C + 6.25 \times 10^4$	0.9999	4.93–78.92

1.2.5 精密度的测定 按“1.2.2”项下方法制备木香顺气丸的供试品溶液,重复进样 5 次,每次 10 μ l 记录色谱峰面积,木香烯内酯、去氢木香烯内酯、厚朴酚、和厚朴酚色谱峰面积的 RSD 分别为 0.27%、0.52%、0.49%、0.33%,表明仪器进样精密度良好。

1.2.6 重复性的测定 取同一批号木香顺气丸,按“1.2.9”项下方法,取样 6 份,测定含量,木香烯内酯、去氢木香烯内酯、厚朴酚、和厚朴酚含量的 RSD 分别为 1.33%、1.24%、0.54%、0.41%,表明分析方法重复性良好。

1.2.7 稳定性的测定 精密吸取同一供试品溶液 10 μ l 每隔 2 h 进样 1 次,重复进样 5 次,记录色谱峰面积,计算木香烯内酯、去氢木香烯内酯、厚朴酚、和厚朴酚色谱峰面积的 RSD 分别为 0.29%、0.77%、0.83%、0.64%。表明供试品溶液在 8 h 内稳定。

1.2.8 回收率的测定 取木香顺气丸样品,按“1.2.6”项下方法测定含量后,再取同批号样品细粉 1 g 精密称定,分别精密加入木香烯内酯、去氢木香烯内酯、厚朴酚、和厚朴酚对照品贮备液适量,挥干,按“1.2.9”项下方法测定含量,计算回收率(表 2)。

1.2.9 样品的测定 取样品按“1.2.2”项下方法制备成供试品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ l 进样,用峰面积按外标法计算含量(表 3)。

表 2 回收率测定结果 (n = 6)

Table 2 Results of recovery test (n = 6)

Components	Added /mg	Detected /mg	Recovery %	RSD %
Costunolide	0.504	0.497	98.6	1.36
Dehydrocostus lactone	0.556	0.542	97.5	1.77
Magnolol	0.675	0.669	99.1	0.88
Honokiol	0.395	0.398	100.8	1.04

表 3 木香顺气丸样品的测定结果 (mg g⁻¹, n = 3)

Table 3 Determination results of the sample (mg g⁻¹, n = 3)

Batch No.	Costunolide	Dehydrocostus lactone	Magnolol	Honokiol
050101	0.979	0.820	1.005	1.173
051003	0.991	0.759	0.869	1.015
060301	1.224	0.932	0.976	1.295

2 讨论

木香顺气丸中的 4 种指标成分在甲醇、乙醇、乙酸乙酯、氯仿等有机溶剂中均有较好的溶解度,采用氯仿提取、甲醇溶解,既可得到较好的提取率,又可除去杂质,满足了各指标成分的色谱分离。

木香烯内酯、去氢木香烯内酯在 210 nm 处有最大吸收,厚朴酚、和厚朴酚在 211、292 nm 处有最大吸收,因此选用 210 nm 作为检测波长。

曾考察了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-乙腈-水等流动相系统,结果前两系统均无法使 4 种指标成分分离,而采用后者可得到良好的分离。

参考文献:

- [1] 刘彤,史俊,李婷. HPLC 法测定木香顺气丸中甘草酸的含量 [J]. 天津药学, 2003, 15(1): 12–13.
- [2] 任艳春,张丽英,吴玉波,等. HPLC 法测定木香顺气丸中厚朴酚与和厚朴酚的含量 [J]. 中医药学报, 2002, 30(3): 64–65.
- [3] 宋粉云,母福海,钟兆健,等. HPLC 测定拈痛丸中厚朴酚与和厚朴酚的含量 [J]. 华西药 学 杂 志, 2007, 22(3): 324–326.
- [4] 蒋平,王文清,王晨,等. RP-HPLC 测定开胸顺气滴丸中厚朴酚与和厚朴酚的含量 [J]. 华西药 学 杂 志, 2006, 21(6): 577–579.

收稿日期: 2007-01