

厚朴饮片质量标准研究

★ 钟凌云 易炳学 龚千锋 (江西中医学院 南昌 330006)

摘要:目的:建立厚朴饮片质量控制标准。方法:在测定四个产地各10批次的厚朴、姜厚朴饮片的水分、总灰分、酸不溶性灰分、醇溶性浸出物及其有效成分厚朴酚与和厚朴酚的含量,并进行显微和薄层鉴别等较为全面和系统的研究的基础上,建立各指标的质量控制标准。结果:厚朴、姜厚朴饮片各指标平均值,水分分别为8.31%、8.47%,总灰分分别为3.77%、3.79%,酸不溶性灰分分别为1.58%、1.89%,70%乙醇溶液浸出物分别为20.67%、21.55%,厚朴酚与和厚朴酚总量分别为4.34%、3.62%。结论:建议厚朴、姜厚朴饮片的质量标准暂定为:水分7%~13%,总灰分不得高于5.0%,酸不溶性灰分不得高于3.0%,70%乙醇溶液浸出物不得低于18.0%,厚朴酚与和厚朴酚含量之和分别不得低于2.5%、2.0%。

关键词:厚朴;姜厚朴;饮片;质量标准

中图分类号:R 282.72 **文献标识码:**B

本品为木兰科植物厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. 或凹叶厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. Var. *biloba* et. Wils. 的干燥干皮、根皮及枝皮。具有燥湿、导滞、下气除满等作用。厚朴中酚性化合物主要有厚朴酚、和厚朴酚、四氢厚朴酚及异厚朴酚;另含有以桉油醇为主要成分的挥发油^[1]。据文献报道,厚朴的主要有效成分为厚朴酚、和厚朴酚,其作用主要有:抗菌、镇静中枢神经、肌肉松弛、抗溃疡等广泛的药理活性^[2~3]。厚朴生用辛辣,有“棘人喉舌”的副作用,在临床上较少生用。厚朴的炮制方法繁多,其中以姜制、炒制、酒制、醋制为主,沿用至近代,多数继承了前人的净切制法和姜汁制法^[4]。前期工作已经完成了厚朴饮片的炮制工艺优选,并进行了中试研究。我们在此基础上对厚朴饮片(厚朴、姜厚朴)的质量标准进行了进一步的研究。

1 仪器与试剂

Agilent1100 HPLC 仪、四元泵、紫外-可见检测器、Agilent 化学工作站;METTLER AB104-N 分析天平(梅特勒-托利多仪器有限公司);预制硅胶 GF254 板(青岛海洋化工厂);甲醇、乙酸为色谱纯,水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯;厚朴酚、和厚朴酚对照品(中国药品生物制品检定所提供);厚朴、姜厚朴饮片为安徽省亳州市沪淮中药饮片厂的中试产品。

2 方法及结果

2.1 性状

厚朴、姜厚朴饮片性状同文献描述^[5]。

2.2 鉴别

2.2.1 显微鉴别 本品横切面及粉末显微特征同药典规定^[6]。

2.2.2 薄层鉴别 取本品粉末0.5 g,加甲醇5 mL,密塞,振摇30分钟,滤过,滤液作为供试品溶液,另取厚朴酚与和厚朴酚对照品,加甲醇制成每1 mL各含1 mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5 μ L,分别点于同一硅胶 GF254 薄层板上,以苯-甲醇(27:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在254 nm紫外灯下观察,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

2.3 检查

2.3.1 水分 按《中国药典》2000年版一部附录Ⅸ H 水分测定法第二法(甲苯法)测定,结果见表1。

2.3.2 灰分 按《中国药典》2000年版一部附录Ⅸ K 测定总灰分、酸不溶性灰分,结果见表1。

2.4 浸出物

按《中国药典》2000年版一部附录 X 测定70%乙醇浸出物,结果见表1。

2.5 含量测定

2.5.1 色谱条件 色谱柱:依利特 Hypersil C₁₈ 柱(200 mm×4.6 mm,5 μ m);柱温25℃;流动相:甲醇:水:乙酸(75:24.5:0.5);流速为1 mL/min;检

测波长:294 nm。色谱图见图1,2。

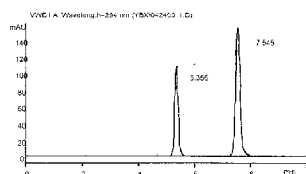


图1 厚朴酚(右峰)及和厚朴酚(左峰)对照品图谱

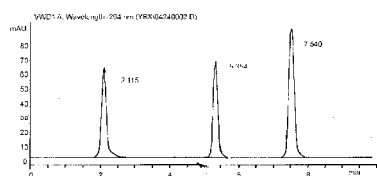


图2 厚朴样品图谱

2.5.2 对照品溶液制备 精密称取和厚朴酚对照品2.94 mg与厚朴酚对照品5.25 mg,置10 mL量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,每1 mL含和厚朴酚0.294 mg、厚朴酚0.525 mg。

2.5.3 供试品溶液制备 取本品粉末(过三号筛)0.2 g,精密称定,置100 mL具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25 mL,摇匀,密塞,浸渍24小时,滤过,精密量取续滤液5 mL,置25 mL容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,微孔滤膜(0.45 μm)滤过。

2.5.4 线性关系考察 分别精密移取和厚朴酚与厚朴酚对照品储备液0.1,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 mL置5 mL容量瓶中,加甲醇至刻度,分别进样10 μL,测定其峰面积值。以对照品进样量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标分别绘制标准曲线并进行线性回归,得和厚朴酚在5.88~58.80 μg/mL范围内浓度与峰面积线性关系良好,回归方程 $Y = 17.8175X + 8.2782$ ($r = 0.9996$);厚朴酚在10.50~105.00 μg/mL范围内浓度与峰面积线性关系良好,回归方程 $Y = 17.2285X + 16.4093$ ($r = 0.9997$)。

2.5.5 重现性试验 取样品5份,按2.5.2项下操作,各10 μL进样,测定峰面积积分值,得厚朴酚 $RSD = 1.92\%$,和厚朴酚 $RSD = 1.86\%$ 。

2.5.6 精密度试验 精密吸取同一样品溶液,各取10 μL连续进六针,得厚朴 $RSD = 1.32\%$,和厚朴酚 $RSD = 1.36\%$ 。

2.5.7 稳定性试验 取同一样品分别在0,4,8,12,16,20小时各进样10 μL,测定峰面积积分值,得厚朴酚、和厚朴酚在0~20小时内峰面积的 RSD 分别为1.49%、2.28%,表明样品在20小时内稳定。

2.5.8 回收率试验 在厚朴粉末中加入对照品进

行冷浸提取。按公式:回收率(%)=(测得量-供试品量)/添加对照品量×100%。得厚朴酚 $RSD = 2.0\%$,和厚朴酚 $RSD = 2.3\%$ ($n = 5$)。

2.5.8 样品测定 取20个中试样品按2.5.3制备供试品溶液,分别精密吸取各样品供试品溶液10 μL,注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,计算厚朴酚、和厚朴酚的含量,结果见表1。

表1 厚朴、姜厚朴饮片各项质量指标测定结果

编号	产地	水分(%)	总灰分(%)	酸不溶性灰分(%)	浸出物(%)	厚朴酚	和厚朴酚	总含量(%)
1	四川	8.90	3.99	1.83	20.37	3.91	1.82	5.73
2	四川	7.99	4.20	1.50	20.15	3.55	1.92	5.47
3	四川	8.18	3.90	1.40	18.50	3.69	1.89	5.57
4	湖北	7.90	3.69	1.61	22.10	3.42	1.83	5.25
5	湖北	8.05	3.66	1.31	22.06	3.28	1.64	4.92
6	浙江	8.13	4.62	2.67	20.86	1.50	1.02	2.52
7	浙江	8.59	2.73	1.01	18.53	1.45	1.13	2.58
8	浙江	8.50	3.68	1.04	20.40	1.48	1.05	2.53
9	江西	8.49	3.55	1.68	21.60	2.64	1.76	4.40
10	江西	8.33	3.72	1.70	22.17	2.89	1.50	4.39
11	四川	8.43	3.11	1.86	20.05	3.10	1.61	4.71
12	四川	9.20	4.08	1.86	20.30	3.28	1.67	4.95
13	四川	8.90	4.01	2.06	20.50	3.12	1.31	4.44
14	湖北	8.69	3.59	1.53	22.50	3.06	1.20	4.26
15	湖北	7.29	3.67	1.51	21.30	2.83	1.26	4.09
16	浙江	8.80	4.62	2.77	20.70	1.11	1.06	2.17
17	浙江	8.68	2.72	1.02	18.18	1.20	1.01	2.21
18	浙江	8.21	4.83	2.74	22.35	1.06	1.09	2.15
19	江西	8.70	3.69	1.84	24.87	2.42	1.25	3.67
20	江西	7.76	3.61	1.70	24.77	2.37	1.19	3.56

注:1~10号为生品,11~20号为姜制品。

3 结论

上述实验中,厚朴、姜厚朴饮片各指标平均值,水分分别为8.31%、8.47%,总灰分分别为3.77%、3.79%,酸不溶性灰分分别为1.58%、1.89%,70%乙醇溶液浸出物分别为20.67%、21.55%,厚朴酚与和厚朴酚总量分别为4.34%、3.62%。

根据实验结果并参考药典中有关厚朴及其它皮类药材的质量标准,建议厚朴、姜厚朴饮片的质量标准暂定为:水分7~13%,总灰分不得高于5.0%,酸不溶性灰分不得高于3.0%,70%乙醇溶液浸出物不得低于18.0%,厚朴酚与和厚朴酚含量之和分别不得低于2.5%、2.0%。

参考文献

- [1]国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草(精选本上册)[M].上海:上海科学技术出版社,1998.426
- [2]肖桂兰,张荣利.厚朴的药效药理[J].中医药动态,1995,44(3):23~24
- [3]朱自平,张明发,沈雅琴,等.厚朴对消化系统的药理作用[J].中国中药杂志,1997,22(11):686~688
- [4]熊念风,蒋纪祥.厚朴古今炮制研究概况[J].时珍国医国药,2002,13(4):122~123
- [5]龚千锋主编.中药炮制学[M].北京:中国中医药出版社,2003.230
- [6]国家药典委员会编.中华人民共和国药典(一部)[S].北京:化学工业出版社,2000.204~205

(收稿日期:2005-03-08)