

HPLC 测定孕妇清火丸中芒果苷

孟建升*, 蒋俊春
(商丘市食品药品检验所, 河南 商丘 476000)

[摘要] 目的:建立孕妇清火丸中芒果苷的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法, Thermo BDS HYPERSIL C₁₈ 色谱柱, 乙腈-0.2% 冰醋酸溶液(15:85)为流动相, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 258 nm。结果:芒果苷在 0.053 50~0.374 5 μg 线性关系良好($r=0.999\ 8$), 平均回收率为 99.22%, RSD 1.15% ($n=6$)。结论:该方法简便、准确, 重复性好, 可用于孕妇清火丸的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱; 孕妇清火丸; 芒果苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)24-0146-03

Determination of Mangiferin in Yunfu Qinghuo Pills by HPLC

MENG Jian-sheng*, JIANG Jun-chun
(Shangqiu Institute for Food and Drug Control, Shangqiu 476000, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for the determination of mangiferin in Yunfu Qinghuo pills. **Method:** Using HPLC, chromatographic conditions: the chromatographic system consisted of Thermo BDS HYPERSIL C₁₈ column, using acetonitrile-0.2% acetic acid glacial (15:85) as mobile phase. The content was detected at a wavelength of 258 nm, the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **Result:** Mangiferin was linear in the range of 0.053 50-0.374 5 μg ($r=0.999\ 8$), the average recovery was 99.22% and RSD was 1.15% ($n=6$). **Conolusion:** The method is simple, accurate, reproducible and can be used for the determination of the content of mangiferin in Yunfu Qinghuo Pills.

[Key words] HPLC; Yunfu Qinghuo pills; mangiferin

[收稿日期] 20120227(030)
[通讯作者] * 孟建升, 主管药师, 从事药品质量标准, 药品检验研究, Tel:13849666275, E-mail:18258284@qq.com

[2] 王英, 李云. 不同厂家复方丹参注射液中丹酚酸 B 的含量比较[J]. 中国医药指南, 2012, 10(9):401.

[3] 于晶晶, 徐飞鹏. RP-HPLC 同时测定香丹注射液中丹参素钠、原儿茶醛和丹酚酸 B 的含量[J]. 海峡药学, 2012, 24(2):45.

[4] 吕鹏, 张振凌, 杨锁成. HPLC 测定复方丹参降浊丸中丹酚酸 B 的含量[J]. 中国中医药现代远程教育, 2011, 21(9):134.

[5] 孙志浩, 李秀娟, 晏宗霞, 等. HPLC 测定血栓心脉宁片中芦丁和丹酚酸 B 的含量[J]. 中国现代中药, 2011, 13(12):43.

[6] 林生文, 李瑞明, 陈孝, 等. 高效液相色谱法测定丹墨胶囊中丹酚酸 B 含量[J]. 中国药业, 2011, 20(21):20.

[7] 张中华. HPLC 法同时测定丹参当归复方制剂中丹酚酸 B 和阿魏酸的含量[J]. 实用医药杂志, 2011, 28(11):995.

[8] 梁永平. 活血生骨片的质量控制方法研究[J]. 时珍国医国药, 2011, 22(8):1906.

[9] 李德鑫, 郑亚玉, 靳风. HPLC 法测定肾石通胶囊中丹酚酸 B 含量[J]. 中国中医药咨讯, 2012, 4(2):60.

[10] 赵小伟, 车晓平, 李卫敏, 等. 三参通脉颗粒质量标准研究[J]. 北京中医药, 2011, 30(11):862.

[11] 官柳, 肖礼娥. 高效液相色谱法测定心通口服液 中丹酚酸 B、原儿茶醛的含量[J]. 海峡药学, 2011, 23(9):66.

[12] 黄胜春, 葛朝霞. 高效液相色谱法测定康糖胶囊中丹酚酸 B 含量[J]. 中国药业, 2010, 19(11):19.

[13] 郭强, 宋汉敏, 李振国. HPLC 法测定活血通脉片中丹酚酸 B 的含量[J]. 中医研究, 2011, 24(11):22.

[责任编辑 顾雪竹]

孕妇清火丸是由黄芩、知母、石斛、柴胡等中药材组成的复方制剂,具有清火安胎的功效,用于孕妇胎热口干,胸腹灼热,或口舌生疮,咽喉燥痛或大便秘结,小便黄赤等症。原标准项下除了收载的显微鉴别项和常规检查外,无其他检测项目^[1]。处方中的主要有效成分知母为临床常用中药,具清热泻火、生津润燥之功效,用于高热烦渴,肠燥便秘等症^[2]。知母的化学成分主要为甾体皂苷、木脂素类、多糖类等,活性成分主要是甾体皂苷和芒果苷^[3]。为了进一步完善该品种质量标准,本文通过试验研究,建立了采用高效液相色谱法测定孕妇清火丸中芒果苷的含量测定方法,取得了较为满意的结果。

1 仪器与试剂

Agilent 1260 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司),MSA225S-000-DU 型电子分析天平(德国赛多利斯公司)。芒果苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 111607-200402);乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。孕妇清火丸(商丘市金马药业有限公司,批号 1109024,1110015,1201012)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Thermo BDS HYPERSIL C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm),乙腈-0.2% 冰醋酸溶液(15:85)为流动相,流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 258 nm,进样量 10 μL,柱温 28 ℃,理论板数不低于 3 000。

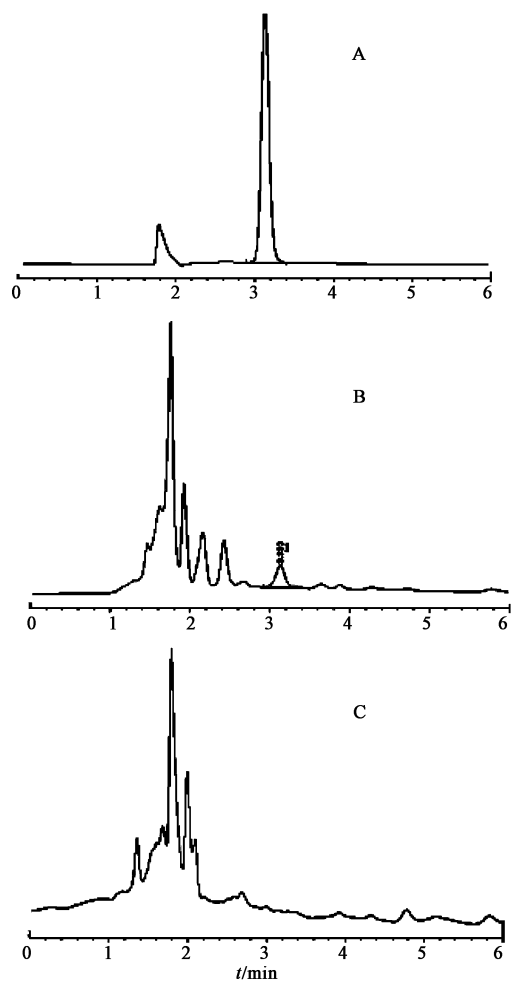
2.2 对照品溶液的制备 取芒果苷对照品约 5 mg,精密称定,置 100 mL 量瓶中,加稀乙醇适量,振摇使完全溶解后,稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备^[4] 取本品,研细,取约 3.0 g,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加入稀乙醇适量,超声处理 30 min,放冷,加稀乙醇至刻度,摇匀,滤过,作为供试品溶液。

2.4 阴性对照溶液的制备 按处方配比,取除知母的其他味药,按处方比例制成样品,再按供试品溶液的制备方法制得阴性对照溶液。

2.5 专属性试验 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照溶液各 10 μL,按照 2.1 项色谱条件,分别进样测定,记录色谱图,结果表明其他成分对芒果苷测定无干扰。见图 1。

2.6 线性关系考察 取芒果苷对照品约 5 mg,精密称定,置 100 mL 棕色量瓶中,加稀乙醇适量,振摇使完全溶解后,稀释至刻度,摇匀。按照 2.1 项色谱条件,分别进样 1,3,5,7,9,10 μL,记录芒果苷峰面



A:对照品溶液;B:样品溶液;C:阴性样品溶液;1. 芒果苷

图1 孕妇清火丸 HPLC

积值,以峰面积值(Y)对对照品进样量(X)进行线性回归,得回归方程 $Y = 497.46X - 248.86$ ($r = 0.9998$)。结果表明,芒果苷对照品进样量在 0.053 50 ~ 0.374 5 μg 与峰面积值呈良好的线性关系。

2.7 精密度试验 取同一对照品溶液,重复进样 6 次,每次 10 μL,记录芒果苷峰面积,RSD 0.59%。

2.8 重复性试验 取同一样品约 3.0 g,精密称定 6 份,分别照供试品制备方法制备供试品溶液,进样测定芒果苷的质量分数,结果其 RSD 1.26%。

2.9 稳定性试验 精密量取同一供试品溶液 10 μL,分别在 0,4,6,8,10,12,24 h 进样测定芒果苷峰面积值,计算其 RSD 1.32%,结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.10 回收率试验 称取 6 份已知含量为 0.235 6 mg·g⁻¹ 的样品约 1.5 g,精密称定,分别置 1 ~ 6 号 25 mL 量瓶中,另取芒果苷对照品约 5 mg,精密称

定,置 100 mL 量瓶中,加稀乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,分别精密量取 6 mL,置上述 1~6 号 25 mL 量瓶中,按照 2.3 项下供试品溶液制备方法制备溶液,按照 2.1 项色谱条件,分别测定,结果见表 1。

表 1 芒果苷加样回收率试验

称样量 /g	样品中 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1.502 3	0.353 9	0.353 4	0.704 7	99.26	99.22	1.15
1.513 7	0.356 6	0.353 4	0.700 6	97.34		
1.500 3	0.353 5	0.353 4	0.707 2	100.08		
1.501 4	0.353 7	0.353 4	0.706 4	99.80		
1.508 3	0.355 4	0.353 4	0.703 5	98.50		
1.504 2	0.354 4	0.353 4	0.709 1	100.37		

2.11 样品测定 取 3 批样品制备供试品溶液,按上述色谱条件进行测定,以峰面积计算芒果苷的质量分数,结果见表 2。

表 2 孕妇清火丸中芒果苷的测定

样品批号	芒果苷/mg·g ⁻¹
1109024	0.226 8
1201012	0.235 6
1110015	0.256 6

3 讨论

3.1 流动相的选择 比较了甲醇-水、乙腈-水、乙腈-0.2%冰醋酸系统,发现甲醇-水系统基线不稳定,乙腈-水系统芒果苷与其他物质色谱峰分离度不好,乙腈-0.2%冰醋酸系统基线稳定且芒果苷与其他物质色谱峰分离度较好,故选用乙腈-0.2%冰醋酸系统分析样品。

3.2 提取溶剂及方法的选择 参考有关文献[5-10],比较了稀乙醇、甲醇、石油醚作为提取溶媒,结果表明稀乙醇为最佳提取溶媒。又比较了回流 30 min、超声 10,20,30,40 min、冷浸 3 种提取方法,结果表明超声提取 30 min 能将供试品中的芒果苷较充分的提取,故选用稀乙醇超声处理 30 min 作为供试品的处理方法。

[参考文献]

[1] 中华人民共和国卫生部. 卫生部药品标准中药成方制剂. 第 1 册[S]. 1989:63.

[2] 党小平,毛春芹,陆兔林,等. HPLC 法测定生知母和盐知母中芒果苷和菝契皂苷元[J]. 中草药,2009,40(2):236.

[3] 徐爱娟,韩丽萍,蒋林兰. 知母的研究进展[J]. 中药材,2008,31(4):624.

[4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:197.

[5] 吴学军. HPLC 测定黄梔花口服液 中芒果苷[J]. 中国实验方剂学,2010,16(8):67.

[6] 易博,孙赫,原源,等. RP-HPLC 法测定知母黄柏药材中新芒果苷、芒果苷和盐酸小檗碱[J]. 中草药,2007,38(6):856.

[7] 笔雪艳,刘晓凤,张清波. HPLC 法测定清开灵泡腾片中芒果苷的含量[J]. 中国药房,2011,22(3):240.

[8] 吴怀恩,劳深,王雯慧,等. HPLC 测定石韦配方颗粒中绿原酸、咖啡酸及芒果苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(16):54.

[9] 徐孟文,陈桐凯,安稳伟,等. HPLC 测定安神胶囊中芒果苷含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(23):77.

[10] 温金莲,周清,宋粉云. RP-HPLC 测定 梔子金花丸中芒果苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(17):65.

[责任编辑 顾雪竹]