

HPLC 测定密蒙花配方颗粒中蒙花苷含量

唐维宏¹, 韦建华^{2*}, 马云婷²

(1. 北海市中医医院, 广西 北海 536000; 2. 广西中医药大学, 南宁 530001)

[摘要] 目的:建立密蒙花配方颗粒中蒙花苷的含量测定方法。方法:采用 Inertsil ODS3 C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm),流动相甲醇-0.1% 磷酸(55:45),流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 20 ℃,检测波长 327 nm,进样量 10 μL。结果:蒙花苷进样量在 0.104 8~1.048 μg 呈良好线性关系($r=0.999\ 6$),平均加样回收率 102.2% (RSD 1.9%)。结论:该方法操作简便、结果准确、重复性良好,可作为密蒙花配方颗粒中蒙花苷的含量测定方法。

[关键词] 密蒙花; 配方颗粒; 蒙花苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2013)20-0050-02

[doi] 10.11653/syfy2013200050

Determination of Buddleoside in Buddlejae Flos Formula Granules by HPLC

TANG Wei-hong¹, WEI Jian-hua^{2*}, MA Yun-ting²

(1. Beihai Hospital of Traditional Chinese Medicine, Beihai 536000, China;
2. Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determining buddleoside in Buddlejae Flos formula granules. **Method:** Buddleoside was separated on Inertsil ODS₃ C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm) with methanol-0.1% phosphoric acid (55: 45) as mobile phase, flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, column temperature was at 20 ℃, detection wavelength was 327 nm, injection volume was 10 μL. **Result:** Buddleoside had good linear relationship within the range of 0.104 8-1.048 μg with $r=0.999\ 6$, the average recovery was 102.2% with RSD 1.9%. **Conclusion:** This method was simple, accurate and reproducible, it could be used to determine the content of buddleoside in Buddlejae Flos formula granules.

[Key words] Buddlejae Flos; formula granules; buddleoside; HPLC

密蒙花具有清热养肝、明目退翳之功效,用于治疗目赤肿痛、多泪羞明、眼生翳膜、肝虚目昏、视物昏花等^[1],主要成分包括黄酮类及其苷类、苯乙醇苷类、皂苷类及环烯醚萜苷类等^[2]。现代药理研究证明密蒙花具有抗菌、降血糖、抑制体外培养肝细胞诱发的细胞毒素、治疗性激素水平下降导致的干眼症等作用,且毒性小^[3-6]。密蒙花中蒙花苷具有较强的醛糖还原酶抑制活性,同时对金黄色葡萄球菌和

乙型溶血链球菌具有一定抑菌作用^[7]。密蒙花配方颗粒是密蒙花生品经水提制成的单味中药配方颗粒剂。该制剂仅有药材性状和薄层色谱鉴别,未规定其含量测定项目,本实验拟建立采用 HPLC 测定制剂中蒙花苷含量的方法,为产品的质量控制提供实验依据。

1 材料

1100 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司), LG16-W 型高速微量离心机(北京京立离心机厂)。蒙花苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号 111528-200606),密蒙花配方颗粒(江阴天江药业有限公司,批号 0904065,1003125,1102022),甲醇为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

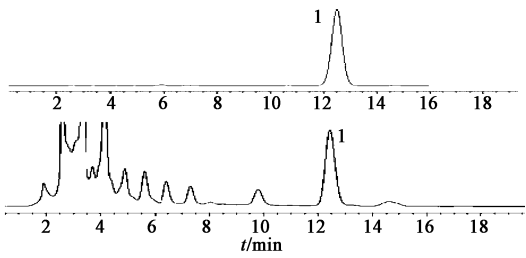
2.1 色谱条件 Intertsil ODS3 C₁₈ 色谱柱

[收稿日期] 20130326(010)

[第一作者] 唐维宏,主管药师,从事中药制剂与质量标准研究, Tel:13877951777, E-mail: bhtangwh@126.com

[通讯作者] * 韦建华,硕士,副教授,从事中药、民族药有效成分及质量标准研究, Tel: 13977166476, E-mail: Weijianhua607@tom.com

(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相甲醇-0.1% 磷酸(55:45),流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 20 ℃,检测波长 327 nm,进样量 10 μL。



A. 对照品;B. 供试品;1. 蒙花苷
图 1 密蒙花配方颗粒 HPLC

2.2 对照品溶液的制备 精密称取蒙花苷对照品 5.24 mg,置于 50 mL 棕色量瓶中,加适量甲醇使溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 供试品溶液的制备 取密蒙花配方颗粒约 0.2 g,精密称定,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,精密加入 75% 乙醇 25 mL,称定质量,超声提取 30 min,放冷至室温,称定质量,补重,摇匀,滤过,取续滤液于 1 000 r·min⁻¹离心 10 min,取上清液过滤,取续滤液,即得。

2.4 线性关系的考察 精密吸取蒙花苷对照品溶液 1,2,4,8,16 μL,按上述色谱条件测定,以对照品进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,得 $Y = 1\,759.8X + 25.70 (r = 0.999\,6)$,表明蒙花苷进样量在 0.104 8~1.677 μg 呈良好线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液 10 μL 注入液相色谱仪,连续进样 6 次,结果蒙花苷峰面积的 RSD 0.49%,表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液,按 2.1 项下色谱条件测定,分别在 0,2,4,6,8,12,24 h 各进样 1 次,记录峰面积,结果 RSD 1.7%,表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.7 重复性试验 取同一批号的密蒙花配方颗粒 6 份,按拟定含量测定方法测定蒙花苷含量,结果平均质量分数 17.12 mg·g⁻¹,RSD 0.94%。

2.8 加样回收试验 取已知含量的密蒙花配方颗粒约 0.1 g,共 6 份,精密称定,分别精密加入稀释的蒙花苷对照品(0.073 6 g·L⁻¹)25 mL,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,测定,计算回收率,结果蒙花苷的平均回收率 102.2%,RSD 1.9%,见表 1。

2.9 样品测定 取不同批号的密蒙花配方颗粒,按 2.3 项下方法制备供试液,每批平行 3 份,按 2.1 项

表 1 蒙花苷回收率测定

No.	取样量 /g	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.105 6	3.75	102.95	102.2	1.9
2	0.100 8	3.60	100.97		
3	0.104 3	3.79	104.63		
4	0.105 9	3.64	99.78		
5	0.105 2	3.67	101.02		
6	0.102 6	3.73	103.99		

下色谱条件进样,测定峰面积,计算 3 批样品中蒙花苷质量分数分别为 26.65,27.85,25.95 mg·g⁻¹。

3 讨论

在供试品溶液制备时,预试验考察了超声波提取 15,30,45,60 min 及加热回流 1,2,3,4 h,结果发现超声波提取 30 min 时蒙花苷的含量最高。根据降糖明目颗粒等制剂中蒙花苷的含量测定方法^[9-10],本试验考察了甲醇-水-乙酸、乙腈-水-三氟乙酸、乙腈-水、乙腈-磷酸氢二钠溶液-磷酸等流动相,结果均不理想,而使用甲醇-0.1% 磷酸不同比例系统洗脱时,显示甲醇-0.1% 磷酸溶液(55:45)时,蒙花苷成分的分离效果较好。

[参考文献]

[1] 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,2010:308.

[2] 李秀兰,孙光洁,戴树培,等. 密蒙花/结香有效成分的抑菌作用[J]. 西北药学杂志,1996,11(4):165.

[3] 崔颖,张永旺. 密蒙花研究进展[J]. 甘肃中医学院学报,2010,27(2):65.

[4] 韦献飞,黄运坤. 密蒙花黄色素的毒理学安全性评价[J]. 广西预防医学,1998,4(4):248.

[5] 赵国平. 中药大辞典[M]. 3 版. 上海:上海技术出版社,2006:3166.

[6] 彭清华. HPLC 法测定密蒙花中 3 种黄酮类成分的含量[J]. 湖南中医药大学学报,2008,28(5):21.

[7] 韩澎,崔亚君,郭洪祝,等. 密蒙花化学成分及其活性研究[J]. 中草药,2004,35(10):1086.

[8] 涂瑶生,毕晓黎. 中药配方颗粒国际化有关问题的思考[J]. 世界科学技术—中医药现代化,2007,9(2):77.

[9] 赵建波,刘永俊,沙红玉,等. 高效液相色谱法测定香菊感冒颗粒中蒙花苷的含量[J]. 中国医院药学杂志,2007,27(12):1776.

[10] 陈翠英,袁子民,程岚,等. HPLC 法测定珍菊降压片中蒙花苷含量[J]. 辽宁中医杂志,2007,34(4):501.

[责任编辑 全燕]