

HPLC 测定蒙成药顺气补心十一丸中丁香酚的含量

吴七十三*, 乌力吉, 韩巴根那, 包明兰
(内蒙古民族大学, 内蒙古 通辽 028005)

[摘要] 目的:建立蒙药顺气补心十一丸中丁香酚的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法(HPLC),Hypersil ODS C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),以甲醇-水-磷酸(65:35:0.05)为流动相,流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 30 ℃,检测波长 283 nm。结果:丁香酚在 0.025~0.150 μg 与其相应的峰面积值具有良好的线性关系($r=0.9998$)。丁香酚的平均回收率为 96.94%,RSD 1.95% ($n=6$)。结论:该方法精密度高,分离度好,可用于蒙药顺气补心十一丸中丁香酚的含量测定。

[关键词] 顺气补心十一丸; 高效液相色谱法; 丁香酚

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)21-0118-03

Determination of Eugenol in Traditional Mongolian Medicine Shunqi Buxin-11 Pill by HPLC

WU Qi-shi-san, WU Li-ji, HAN Ba-gen-na, BAO Ming-lan
(Inner Mongolia University for the Nationalities, Tongliao 028005, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a determination method of eugenol in traditional Mongolian medicine Shunqi Buxin-11 Pill. **Method:** High performance liquid chromatography (HPLC) method was applied with Hypersil ODS C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column by methanol-water- phosphoric acid (65:35:0.05) as mobile phase with the flow rate of 1.0 mL·min⁻¹; the column temperature was maintained at 30 ℃, and the UV detection wavelength was set at 283 nm. **Result:** Eugenol was linear in the range of 0.025-0.150 μg, $r=0.9998$, the average recovery was 96.94%, RSD was 1.95% ($n=6$). **Conclusion:** Precision of the method was high, and separating was good, and the method can be used for determination of eugenol in traditional Mongolian medicine Shunqi Buxin-11 Pill.

[Key words] Shunqi Buxin-11 Pill; HPLC; eugenol

蒙药顺气补心十一丸是抗赫依病的常用蒙医方剂之一,蒙古名为阿密别日各其一-11,具有镇“赫

[收稿日期] 20120321(013)

[基金项目] 内蒙古自然科学基金项目(2011MS1213)

[通讯作者] * 吴七十三,博士,副教授,从事蒙医药学研究,Tel:15048549693,E-mail:qishanwu@126.com

流动相、柱温等进行考察,结果在选定条件下,样品分离较佳。

[参考文献]

- [1] 卜训生.小包装中药饮片调剂的优势及存在问题[J].北京中医药,2008,27(7):554.
- [2] 甘雨良.浅谈中药饮片在临床应用中存在的问题与对策[J].中国实用医药,2008,3(3):150.
- [3] 陈慧芳.植物活性成分词典.第3册[M].北京:中

国医药科技出版社,2001:12.

- [4] 黄泰康.常用中药有效成份与药理手册[M].北京:中国中医药科技出版社,1994.1565.
- [5] 中国药典.一部[S].2010:292.
- [6] 卢化,朱丽.菊花类商品中绿原酸的含量比较[J].湖北中医学院学报,2010,12(1):30.
- [7] 覃珊,温学森.HPLC同时测定菊花中6种活性成分含量[J].中国中药杂志,2011,36(11):1474.

[责任编辑 顾雪竹]

依”、镇静、安静等功能,主要用于胸肋刺痛,“赫依”性癫狂,言语不清等^[1]。该方由丁香、沉香、肉豆蔻、广枣、木香、诃子等 11 味单药配伍而成。丁香酚是命脉良药丁香 *Eugenia caryophyllata* Thunb. 的特征成分之一^[2-3],具有抑菌抗炎^[4]、抗腹泻作用^[5-6],改善学习记忆障碍^[7],更有抗血栓、抑制血小板聚集等心血管系统药效^[8]。顺气补心十一丸虽然被收载于《中华人民共和国卫生部药品标准·蒙药分册》(1998 年版)^[1],但药品标准中并无含量测定项目。本文采用高效液相色谱法测定顺气补心十一丸的丁香酚含量,建立了含量测定方法,为该药的质量标准研究提供依据的同时对抗高血压蒙药活性成分的筛选研究提供了数据参考。

1 材料

LC-10AT 高效液相色谱仪(日本岛津),SPD-10AVP 检测器(日本岛津),N3000 色谱工作站(浙江大学智能信息研究所),Hypersil ODS C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm)大连依利特公司,ADW220D 型电子分析天平(max2208/82 g d=0.1 mg/0.01 mg)(日本岛津),KQ-100 型超声波清洗器(昆山市超声波仪器有限公司)。

蒙药顺气补心十一丸分别由内蒙古蒙药股份公司提供(批号 111124),内蒙古民族大学附属医院蒙药制剂室提供(批号 110516),内蒙古通辽市蒙医医院制剂室提供(批号 120220);丁香酚对照品(批号 110725-200711)购自中国药品生物制品检定所。甲醇为色谱纯,水为高纯水,所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

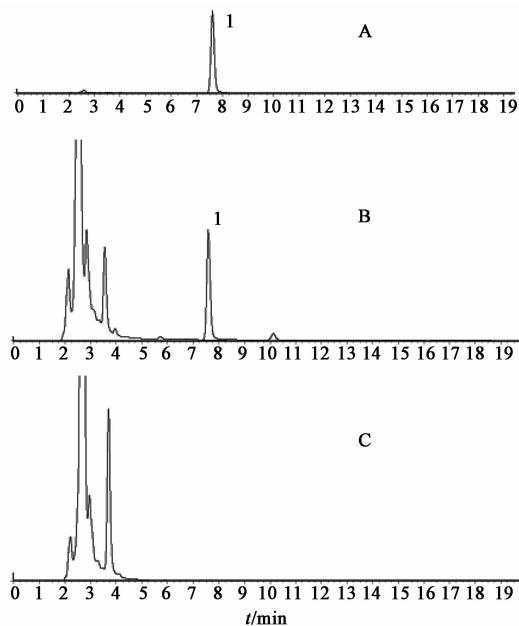
2.1 色谱条件 Hypersil ODS C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇-水-磷酸(65:35-0.05),检测波长 283 nm^[9],流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 30 °C,进样量 10 μL。

2.2 对照品溶液的制备 取丁香酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液,即得^[10]。

2.3 供试品溶液的制备 取顺气补心十一丸,研细,精密称定 0.14 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 100 mL,密塞,称定质量,超声处理 30 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足缺失的质量,摇匀,即得。另取缺丁香阴性对照品约 0.1 g,精密称定,照供试品溶液的制备方法制备,即得。

2.4 干扰试验 精密吸取对照品溶液、供试品溶液、缺丁香阴性对照品溶液各 10 μL,分别注入液相色谱仪,按选定色谱条件,记录各色谱图。供试品溶液色谱图中与对照品相应的位置上,有丁香酚吸收

峰,而缺丁香阴性对照品溶液色谱图无干扰色谱峰。结果见图 1。



A. 对照品; B. 样品; C. 阴性; 1. 丁香酚

图 1 顺气十一味丸 HPLC 色谱图

2.5 线性关系及其工作范围的考察 精密吸取丁香酚对照品溶液 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5, 15.0 μL, 注入液相色谱仪,记录色谱图,测定其峰面积(A),并以峰面积(Y)对丁香酚的进样量(X)进行线性回归,得回归方程 $Y = 64\,318X + 80\,512$ ($r = 0.999\,8$)。结果表明,丁香酚对照品在 0.025 ~ 0.150 μg 与峰面积具有良好的线性关系。

2.6 精密度试验 精密吸取对照品溶液和同一份供试品溶液各 10 μL,在上述色谱条件下分别重复进样 6 次,记录色谱图,测定其峰面积积分值,结果其 RSD 分别为 1.02%, 1.34%。表明精密度良好。

2.7 稳定性试验 精密吸取同一份供试品溶液 10 μL,分别于 2, 4, 6, 8, 10, 12 h 注入液相色谱仪,记录色谱图,测定其峰面积积分值,结果其 RSD 1.37%,表明供试品溶液在 12 h 内测定稳定性良好。

2.8 重复性试验 称取同一批样品约 0.10 g,共 6 份,精密称定,照供试品溶液制备方法制得供试品溶液 6 份,按含量测定方法,分别精密吸取 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,测定其峰面积,结果其 RSD 1.51%,表明该含量测定方法具有良好的重复性。

2.9 回收率试验 取已知含量的样品约 0.07 g,计 6 份,精密称定,分别加入一定量的丁香酚对照品溶

液,照供试品溶液制备方法制得供试品溶液后进样测定峰面积,并计算回收率,结果丁香酚平均回收率为 96.94%,RSD 1.95% (表 1)。

表 1 丁香酚加样回收率试验

样品	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	2.01	1.04	3.01	96.15		
2	2.03	1.52	3.45	93.42		
3	1.98	2.11	4.05	98.10		
4	2.04	2.53	4.51	97.63	96.94	1.95
5	2.03	3.01	4.99	98.34		
6	2.01	3.49	5.43	97.99		

2.10 样品测定 分别取 3 批顺气补心十一丸约 0.14 g,每批 6 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 100 mL,密塞,称定质量,超声处理 30 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,即得。精密吸取供试品溶液 10 μ L,注入液相色谱仪,记录色谱图,测定其峰面积值,计算丁香酚含量(表 2)。

表 2 顺气补心十一丸中丁香酚的含量

厂家及批号	n	A	含量/mg·g ⁻¹	RSD/%
内蒙古蒙药股份有限公司 111124	1	753 774	0.967 3	1.08
	2	763 783	0.980 2	
	3	765 595	0.982 5	
	4	772 948	0.991 9	
	5	772 882	0.991 8	
	6	755 268	0.969 2	
内蒙古民族大学附属医院 蒙药制剂室 110516	1	788 324	1.011 7	0.81
	2	789 682	1.013 4	
	3	784 379	1.006 6	
	4	773 493	0.992 6	
	5	777 346	0.997 6	
	6	784 359	1.006 5	
内蒙古通辽市蒙医医院制剂室 120220	1	770 468	0.988 7	1.33
	2	784 286	1.006 5	
	3	775 508	0.995 2	
	4	758 253	0.973 1	
	5	782 718	1.004 5	
	6	764 220	0.980 7	

3 讨论

试验结果表明,该方法简便、快捷、准确、重复性好,丁香酚的平均回收率为 96.94%,RSD 1.95% ($n=6$)。符合复方制剂现代研究结果^[6,9,11,12]。为蒙药顺气补心十一丸的质量标准研究提供了依据。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部. 中华人民共和国卫生部药品标准·蒙药分册[S]. 北京:1998:137.
- [2] 占布拉·道尔吉,罗布桑,虚嫫,译注. 蒙药正典[M]. 呼和浩特:内蒙古人民出版社,2007:114.
- [3] 余小平. RP-HPLC 法测定中药丁香中丁香酚的含量[J]. 中华中医药学刊, 2009,28(4):880.
- [4] 梅妹,向华,邓旭明,等. 丁香酚对金黄色葡萄球菌全基因组转录水平的影响研究[J]. 化学与生物工程. 2008,25(6):41.
- [5] 张明发,陈光娟,沈雅琴,等. 丁香温经止痛和温中止泻药理研究[J]. 中药材,1992,15(4):33.
- [6] 刘莉,刘强,钟海岩. 丁香普通粉和超微粉中丁香酚的含量及对小鼠肠运动作用的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010,16(8):128.
- [7] 宋娟,高晓平,李光武,等. 丁香酚吸嗅对血管性痴呆模型大鼠学习记忆障碍改善的实验研究[J]. 安徽医药,2012,16(3):299.
- [8] 许青媛,陈春梅,张小莉,等. 丁香及其主要成分的抗凝作用[J]. 中药药理与临床,1990,6(6):31.
- [9] 曾惠芳,曾宝,黄耀海,等. HPLC 法测定参香养胃胶囊中橙皮苷、丁香酚、和厚朴酚、厚朴酚的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006,12(1):12.
- [10] 中国药典. 一部[S]. 2010:421.
- [11] 袁子民,陈剑锋,贾天柱. RP-HPLC 测定麸煨肉豆蔻中去氢二异丁香酚的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(18):60.
- [12] 赵阳,张纯,郭澄,等. 高效液相色谱法测定苏合香丸中丁香酚的含量[J]. 中国中药杂志, 2001,26(3):175.

[责任编辑 顾雪竹]