

HPLC 测定布渣叶中牡荆苷的含量

罗文汇^{1,2*}, 谭志灿^{1,2}, 李养学¹, 孙冬梅^{1,2}

(1. 广东省中医研究所, 广州 510095; 2. 广州中医药大学, 广州 510405)

[摘要] 目的:建立测定布渣叶中牡荆苷含量的高效液相色谱法。方法:采用 Agilent ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 柱分离,以甲醇-0.4% 磷酸溶液 (30:70) 为流动相,柱温为 35 ℃,在 339 nm 处检测。结果:牡荆苷在 88.96 ~ 2 224 μg 质量与峰面积呈良好的线性关系;牡荆苷的平均回收率为 98.61% (RSD 1.32%)。广东的布渣叶其牡荆苷含量要比广西的普遍要高,均符合现行版药典规定。结论:本法操作简便,准确度高,重复性好,可作为布渣叶质量控制方法之一。

[关键词] 布渣叶; 牡荆苷; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903 (2012)05-0110-02

Determination of Vitexin in Microcos Folium by HPLC

LUO Wen-hui^{1,2*}, TAN Zhi-can^{1,2}, LI Yang-xue¹, SUN Dong-mei^{1,2}

(1. Guangdong Province Institute of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510095, China;

2. Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510405, China)

[Abstract] Objective: To develop a HPLC method for determining vitexin in Microcos Folium. Method: HPLC determination was performed on a Agilent ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) with methanol and 0.4% phosphoric acid (30:70) as mobile phase. The column temperature was at 35 ℃, and detection wavelength was set at 339 nm. Result: Vitexin showed a good linear relationship in the range of 88.96-2 224 μg. The average recovery was 98.61% and RSD was 1.32%. The contents of vitexin in Microcos Folium of Guangdong was higher than that of Guangxi. Microcos Folium of Guangdong was all in line with the standards stated in current pharmacopeia. Conclusion: The method is quick, simple and reproducible, which can be used to control the quality of Microcos Folium.

[Key words] Microcos Folium; vitexin; HPLC

布渣叶为椴树科植物破布叶 *Microcos paniculata* L. 的干燥叶,与岭南习用草药,是王老吉凉茶的主要组成药物之一^[1],具有消食化滞、清热利湿的功效^[2]。目前研究发现其具有保护心血管、抗衰及杀虫等作用^[3]。布渣叶富含黄酮、生物碱、挥发油、有机酸、糖类、酚类等成分^[4],本文采用高效液相色谱法对布渣叶中的牡荆苷进行的含量测定,为更好的控制布渣叶饮片质量提供了依据。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪 (美国), Mettler-

Toledo XS205DU 电子分析天平 (瑞士), Agilent ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱。牡荆苷对照品购于中国药品生物制品检定所 (批号 111687-200602);布渣叶样品经广东省中医研究所刘法锦研究员鉴定为正品。甲醇为色谱纯试剂 (默克),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^[1] Agilent ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相 甲醇-0.4% 磷酸溶液 (30:70), 检测波长 339 nm, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 柱温 35 ℃。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取在 100 ℃ 干燥 5 h 的牡荆苷对照品 11.12 mg,置于 50 mL 量瓶中,加 70% 甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,备用。

2.3 供试品溶液的制备 取本品粉末 (过三号筛)

[收稿日期] 20110713 (002)
[基金项目] 广东省建设中医药强省科研课题 (2010451)
[通讯作者] * 罗文汇, 硕士, 主管中药师, 从事中药质量标准研究, Tel: 020-83501292, E-mail: acid123 @ 126.com

约 2.5 g,精密称定,精密加入 70% 甲醇 50 mL,称定质量,超声处理 1 h,放冷,再称定质量,用 70% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 线性范围的考察 精密量取 2.2 项下配制好的对照品溶液,加入 70% 甲醇溶解并稀释,得 8.896, 17.792,44.48,88.96,133.44,222.4 mg·L⁻¹ 的溶液。以质量浓度为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y),进行线性回归,得到回归方程 $Y = 2.578\ 121\ 15X + 1.554\ 262\ 3$ ($r = 0.999\ 97$),表明牡荆苷在 88.96 ~ 2 224 μg呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取同一牡荆苷对照品溶液(44.48 mg·L⁻¹),重复进样 6 次。牡荆苷峰面积 RSD 0.13%,表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液,室温放置。于 0,3,6,9,12 h 进样测定。计算供试品中牡荆苷峰面积值 RSD 0.23%。表时供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.7 重复性试验 精密称取同一批布渣叶供试品(S7),分别制备 6 份供试品溶液,进行测定,结果牡荆苷的平均含量为 0.11%,RSD 1.84%。表明此法重复性良好。

2.8 加样回收率试验 取同一批布渣叶供试品(S7)6 份,每份约 1.25 g,精密称定,分别精密加入一定量的牡荆苷对照品,按 2.3 方法制备供试品溶液,进样测定,计算回收率。结果见表 1。

表 1 布渣叶中牡荆苷的加样回收率 (n = 9)

称样量 /g	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1.252 16	1.377	1.12	2.517	97.26		
1.250 54	1.376	1.12	2.511	99.58		
1.254 92	1.380	1.12	2.498	96.21		
1.257 30	1.383	1.40	2.780	97.68		
1.255 47	1.381	1.40	2.776	99.63	98.61	1.32
1.256 92	1.383	1.40	2.769	99.73		
1.253 86	1.379	1.68	3.088	99.92		
1.252 77	1.378	1.68	3.081	98.96		
1.251 95	1.377	1.68	3.082	98.50		

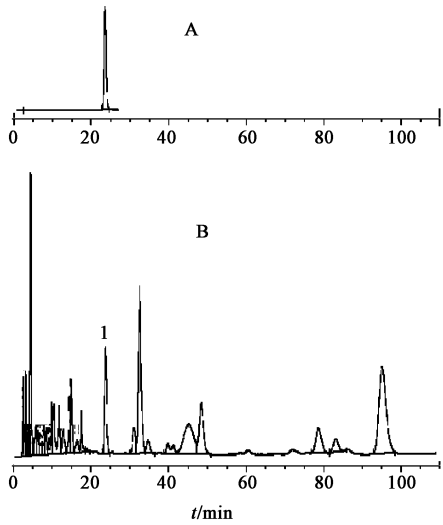
2.9 样品的测定结果 取各批布渣叶样品按 2.3 方法制备供试品溶液,按 2.1 色谱条件进行含量测定,结果见表 2,图 1,2。

3 讨论

从各批次布渣叶中牡荆苷含量测定结果显示,批号为 100901 产地为广东的布渣叶中牡荆苷含量最高,批号为 20091230 和 20100803 产地为广西的布渣叶牡荆苷含量低于《中国药典》2010 年版一部布渣叶的标准;总体看来产地为广东的布渣叶其牡荆苷含量要比广西的普遍要高,并都符合《中国药

表 2 布渣叶中牡荆苷的含量测定 (n = 3)

编号	产地	批号	牡荆苷/mg·g ⁻¹	RSD/%
S1	广东	20100601	0.08	0.15
S2	广东	090314R502	0.09	0.09
S3	广西	090815	0.04	1.31
S4	广西	20091230	0.02	0.27
S5	广西	20100803	0.03	0.10
S6	广东	20100112	0.04	0.09
S7	广东	100107881	0.11	0.22
S8	广东	100110	0.14	1.61
S9	广东	20100120	0.06	0.14
S10	广东	100902	0.07	0.95
S11	广东	100901	0.26	0.37
S12	广东	20100101	0.05	1.05
S13	广东	101128	0.05	0.91
S14	广东	100802	0.06	0.85
S15	广东	100906	0.07	1.11



A. 对照品;B. 布渣叶样品;1. 牡荆苷

图 1 布渣叶 HPLC

典》的要求。但广东产的布渣叶牡荆苷的含量也存在差异,可能是药材生产过程中土壤、气候等环境因素及采收加工过程中多种因素的影响,这些都还需进一步研究以明确布渣叶的道地性的具体产区。

[参考文献]

[1] 何蓉蓉,栗原博,宝丽,等. 王老吉凉茶对氧化应激负荷小鼠脂代谢的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008,14(10):31.

[2] 中国药典.一部[S]. 2010:88.

[3] 张丽萍,罗集鹏. 布渣叶的药学研究与临床应用概述[J]. 中药材,2008,31(6):935.

[4] 曾聪彦,吴惠妃,郭展荣. 布渣叶化学成分定性鉴别的研究[J]. 世界中西医结合杂志,2009,4(3):175.

[责任编辑 蔡仲德]