

益心巴迪然吉布亚颗粒质量标准研究

王云飞, 邢建国*, 何承辉, 薛桂蓬

(新疆维吾尔自治区药物研究所, 乌鲁木齐 830002)

[摘要] 目的: 建立益心巴迪然吉布亚颗粒的质量控制方法。方法: 采用薄层色谱法对颗粒中香青兰进行定性鉴别; 采用 HPLC 方法测定香青兰中田蓟苷的含量。结果: TLC 定性鉴别重复性好, 阴性无干扰; 田蓟苷在 0.101 8 ~ 1.221 μg 线性关系良好 ($r=0.999\ 9$)。平均加样回收率为 99.29%, RSD 为 1.96% ($n=9$)。结论: 该方法专属性强, 灵敏度高, 重复性好, 可用于该颗粒的质量控制。

[关键词] 益心巴迪然吉布亚颗粒; 田蓟苷; 薄层色谱; 高效液相色谱

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)01-0087-03

Study on Quality Standard of Yixin Badiranjibuya Granules

WANG Yun-fei, XING Jian-guo*, HE Cheng-hui, XUE Gui-peng

(Xinjiang Institute of Meteria Medica, Urumqi 830002, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality standard of Yixin Badiranjibuya Granules. **Method:** Thin-layer chromatography was used to identify *Dracocephalum moldavica* L. The content of tilianin from *D. moldavica* was determined by HPLC. **Result:** The specialization and reproducibility of the TLC method was good. The linear range of tilianin was 0.101 8-1.221 μg ($r=0.999\ 9$). The average recovery rate was 99.29% (RSD 1.96%, $n=9$). **Conclusion:** The method can control the quality of Yixin Badiranjibuya granules effectively.

[Key words] Yixin Badiranjibuya granules; tilianin; TLC; HPLC

益心巴迪然吉布亚颗粒收载于《中华人民共和国卫生部药品标准·维吾尔药分册》1999 年版, 是维吾尔医药的经典处方。本方具有补益心脑、利尿、止喘的作用。临床用于神疲失眠, 心烦气喘, 神经衰弱等症^[1]。该制剂早期建立的质量标准仅有薄层鉴别项, 是以香青兰药材为对照品, 而目前尚无香青兰对照药材, 故该方法已不适于实际应用。随着对维吾尔药材香青兰的深入研究和少数民族医药与现代分析技术的结合应用, 为了加强药品的可控性和有效性, 更好的控制该制剂的质量, 笔者对已有的薄层鉴别重新进行了修订, 并采用高效液相色谱法, 增订田蓟苷的含量测定, 提高了该制剂的质量标准。

1 仪器与试剂

SPD-10AVP 型高效液相色谱仪(日本岛津制造所); BS110S 型电子天平(Sartorius); KQ-100DE 型数控超声波发生器(昆山市超声仪器有限公司); 硅胶 GF₂₅₄ 薄层板(青岛海洋化工厂); YOKO-ZS 紫外线分析摄影仪(武汉药科新技术开发公司)。

乙腈为色谱纯(Honeywell), 其他试剂均为国产分析纯, 水为超纯水, 田蓟苷对照品(批号 20070308)由新疆维吾尔自治区药物研究所自制(纯度 98% 以上, 可用于含量测定)。益心巴迪然吉布亚颗粒(批号 1002221, 1002222, 1002223)由新疆维吾尔药业有限责任公司提供。

2 方法与结果

2.1 香青兰薄层色谱鉴别 取本品 20 g, 加甲醇 50 mL, 超声处理 10 min, 滤过, 滤液挥至约 10 mL, 作为供试品溶液。另取田蓟苷对照品, 加 70% 乙醇制成 0.2 g·L⁻¹ 的溶液, 作为对照品溶液。取阴性样品按供试品制备方法, 制成阴性样品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B) 试

[收稿日期] 20110715(005)

[基金项目] 国家科技支撑计划课题(项目编号: 2007BAI30B01)

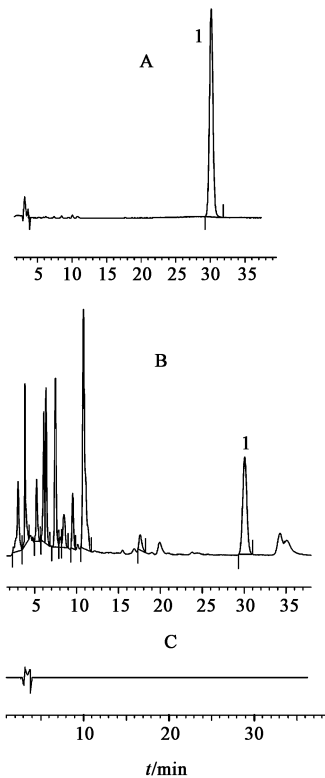
[第一作者] 王云飞, 实习研究员, 本科, Tel: 15099325572, E-mail: wyy169630@126.com

[通讯作者] * 邢建国, 研究员, 从事中药新药研究, Tel: 0991-2316006, E-mail: xingjianguo642@sohu.com

验^[2],吸取上述 3 种溶液各 10 μL ,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(8.5:1.5)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯 254 nm 下检视。供试品色谱中,在与田蓯苁对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性无干扰,重复性好。

2.2 田蓯苁含量测定^[3]

2.2.1 色谱条件 色谱柱 Shim-pack VP-ODS-C₁₈(4.6 mm \times 250 mm, 5 μm),检测波长 324 nm,流动相乙腈-0.5% 甲酸(25:75),流速 1.0 mL \cdot min⁻¹,柱温 35 $^{\circ}\text{C}$,进样量 10 μL 。见图 1。



A. 田蓯苁对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 田蓯苁

图 1 益心巴迪然吉布亚颗粒色谱

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取田蓯苁对照品适量,加 70% 乙醇制成 40.7 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液,摇匀,即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 取本品内容物适量,研细,取约 1 g,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加甲醇约 20 mL,超声处理(功率 100 W,频率 40 kHz)20 min,放冷,用甲醇定容至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 阴性对照溶液制备 按处方制备不含香青兰的阴性样品,按 2.2.3 项下方法制备香青兰空白溶液,依法测定,结果无干扰。

2.2.5 线性关系考察 精密称取田蓯苁对照品 4.07 mg,置 10 mL 量瓶中,用 70% 乙醇溶解并稀释至刻

度,摇匀,即得浓度为 0.407 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的田蓯苁对照品溶液,作为贮备液。分别精密吸取对照品贮备液 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。精密吸取上述溶液 10 μL ,注入液相色谱仪,记录峰面积。以进样量 (μg) 为横坐标 X ,峰面积为纵坐标 Y ,进行线性回归,得回归方程为 $Y = 29\ 160X - 11\ 401$ ($r = 0.999\ 9$),表明田蓯苁在 0.101 8 ~ 1.221 μg 线性关系良好。

2.2.6 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液 10 μL ,连续进样 6 次,测定田蓯苁的峰面积值,结果 RSD 为 0.19%,试验结果表明精密度较好。

2.2.7 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL ,依正文方法在 0, 2, 4, 8, 12 h 进行测定。结果 RSD 为 0.81%,表明供试品溶液 12 h 内是稳定的。

2.2.8 重复性试验 取批号为 1002221 样品,共 6 份,照 2.2.3 项方法制成供试品溶液,按上述色谱条件测定,测得田蓯苁含量平均值为 0.368 4 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$,其 RSD 为 0.75%,结果表明重复性好。

2.2.9 加样回收率试验 取 1002222 样品,研细,取约 0.5 g,精密称定,共 10 份,置 25 mL 量瓶中,第一份作为空白,其余分 3 组,每组 3 份,精密加入田蓯苁对照品,使成高、中、低 3 浓度,按供试品的制备与测定方法,在上述色谱条件下,进行含量测定,计算回收率,结果见表 1。

2.2.10 样品测定 取 3 批样品,分别按 2.2.3 项制备各供试品溶液,按 2.2.1 的色谱条件,分别进样对照品溶液和供试品溶液,按外标法计算供试品中田蓯苁含量,结果见表 2。3 批样品的平均含量为 4.300 4 $\text{mg}/\text{袋}$,所以本品的含量限定值应不低于 3.5 $\text{mg}/\text{袋}$ 。

3 讨论

巴迪然吉布亚是香青兰的维吾尔名,维吾尔医以全草入药,有补脑安神、养肝暖胃、镇咳止喘的作用^[4]。主要含有黄酮类、挥发油、萜类、氨基酸、微量元素等成分,其所含的黄酮类化合物是益心巴迪然吉布亚颗粒的主要成分之一^[5],田蓯苁是分离得到的黄酮类单体化合物,所以以田蓯苁为对照品,建立了处方中香青兰的 TLC 鉴别方法,操作简便,分离效果较好,重复性强。HPLC 含量测定方法的流动相先选择了乙腈-0.5% 甲酸(28:72),在此条件下,样品主峰的分离度不好,所以多次调节流动相的比例至乙腈-0.5% 甲酸(25:75)时,分离度良好,基线平稳。该方法专属性强,灵敏度高。经修订增订后的质量标准能够有效控制该制剂的质量。

表 1 田蓟苷加样回收率测定

No.	称样量 /g	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.500 1	0	0.206 7			
2	0.500 2	0.162 8	0.368 1	97.09		
3	0.500 4	0.162 8	0.377 2	102.6		
4	0.500 7	0.162 8	0.373 0	99.97		
5	0.500 3	0.227 9	0.441 3	101.5	99.29	1.96
6	0.500 8	0.227 9	0.434 6	98.45		
7	0.500 5	0.227 9	0.437 9	99.97		
8	0.499 5	0.293 0	0.492 8	96.65		
9	0.500 9	0.293 0	0.500 0	98.90		
10	0.500 1	0.293 0	0.498 4	98.46		

表 2 3 批样品田蓟苷含量测定

批号	含量 1/mg·g ⁻¹	含量 2/mg·g ⁻¹	平均含量/mg·g ⁻¹	含量(mg/袋)
1002221	0.364 0	0.364 2	0.364 1	4.369 2
1002222	0.364 7	0.354 7	0.359 7	4.316 4
1002223	0.350 5	0.352 1	0.351 3	4.215 6

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 药品标准维吾尔药分册[S]. 乌鲁木齐:新疆科技卫生出版社, 1999:181.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 北京:化学工业出版社, 2010.
- [3] 古海峰. 香青兰化学成分及生物活性研究[D]. 北京:

中国医学科学院中国协和医科大学, 2004.

- [4] 张丽, 贺金华, 王新堂. 香青兰中总黄酮的纯化与含量测定[J]. 新疆中医药, 2009, 27(2):67.
- [5] 麦路德木·麦麦吐逊, 李敏, 胡君萍, 等. 益心巴迪然吉布亚(香青兰)颗粒中总黄酮含量测定[J]. 新疆医科大学学报, 2009, 32(5):568.

[责任编辑 蔡仲德]