

HPLC 法测定脑络通胶囊中甲基橙皮苷

商 量¹, 章春宇², 李红岩⁴, 商慧娟³, 王 威^{4*}

(1. 吉林省肿瘤医院, 吉林 长春 130012; 2. 长春医学高等专科学校, 吉林 长春 130051; 3. 吉林省药品检验所 吉林 长春 130062; 4. 吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

脑络通胶囊由丹参浸膏、盐酸托哌酮、川芎浸膏、甲基橙皮苷、黄芪浸膏、维生素 B₆ 组成的复方制剂。具有补气活血、通经活络之功能, 能扩张血管, 增加脑血流量, 用于脑血栓、脑动脉硬化、中风后遗症等各种脑血管疾病气虚血瘀证引起的头痛、眩晕、半身不遂、肢体发麻、神疲乏力等症。该制剂收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 19 册, 标准中采用非水滴定法测定盐酸托哌酮。甲基橙皮苷是橙皮苷经甲基化生成的一种黄酮类化合物, 其生物活性强于橙皮苷, 可增加毛细管的抵抗力, 使其渗透性正常化, 防止由于动脉硬化症引起的功能紊乱, 故选择甲基橙皮苷作为脑络通胶囊质量控制指标之一。参考相关文献报道^[1], 本实验采用 ODS 色谱柱和甲醇-0.3% 冰醋酸溶液为流动相, 选择紫外检测器测定脑络通胶囊中甲基橙皮苷, 为该剂的质量控制提供新方法。

1 仪器与材料

日本岛津 LC-2010 高效液相色谱仪; 日本岛津 2550UV 紫外分光光度计; 德国赛多利斯 BP211D 分析天平; 江苏昆山市超声仪器有限公司 KQ-250 超声波清洗器。

甲基橙皮苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号 111580-200302; 脑络通胶囊由吉林金宝药业股份有限公司提供, 每粒 0.5 g; 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 冰醋酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 取甲基橙皮苷对照品适量, 加甲醇制成 250 μg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备: 取装量差异项下的本品, 研细, 取 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理(功率 250 W, 频率 25 kHz) 20 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.3 阴性对照溶液的制备: 取处方除甲基橙皮苷以外的其余原料, 按工艺制法项下制成阴性对照样品, 按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.4 色谱条件: Agilent Zorbax C₁₈ 色谱柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.3% 冰醋酸 (38:62); 检测波长: 283 nm; 柱温: 40 °C; 体积流量: 0.6 mL/min。

2.5 专属性试验: 精密吸取供试品溶液、对照品溶液和阴性对照溶液各 5 μL, 按色谱条件进样, 结果供试品色谱中, 在与甲基橙皮苷对照品色谱相同的保留时间处有色谱峰, 与其他组分能基本达到基线分离 ($R > 1.5$); 阴性对照色谱中, 在与甲基橙皮苷对照品色谱峰相同的保留时间处无色谱峰, 表明阴性对照无干扰, 具有专属性。色谱图见图 1。

2.6 线性关系考察: 精密吸取甲基橙皮苷对照品溶液 2、4、6、8、10 μL, 分别按色谱条件进样, 测定甲基橙皮苷峰面积。以峰面积为纵坐标, 进样质量为横坐标绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 2\ 802\ 658.4 X + 4\ 325.2$, $r = 0.999\ 9$, 结果表明甲基橙皮苷进样质量在 0.5~2.5 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.7 稳定性试验: 精密吸取同一脑络通胶囊供试品溶液, 分别在 0、4、8、12、24 h 进行测定, 计算得甲基橙皮苷的质量分数 RSD 为 0.69%, 表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

2.8 精密度试验: 精密吸取同一脑络通胶囊供试品溶液 5 μL, 按色谱条件连续进样 5 次, 测定甲基橙皮苷峰面积, 计算得其 RSD 为 0.08%。

2.9 重现性试验: 取同一批脑络通胶囊 5 份, 制备供试品溶液进行测定, 计算得甲基橙皮苷的平均质量分数为 13.3 mg/g, RSD 为 0.44%。

2.10 回收率试验: 取同一批脑络通胶囊(含甲基橙皮苷 13.3 mg/g) 5 份, 每份 0.25 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲基橙皮苷对照品 3.3 mg, 制备供试品溶液进行测定, 计算得甲基橙皮苷的平

收稿日期: 2007-02-12

作者简介: 商 量(1969-), 男, 主管药师, 主要从事医院药学工作。

* 通讯作者 王 威 Tel: (0431) 86816224 E-mail: w.w.wangwei@263.net

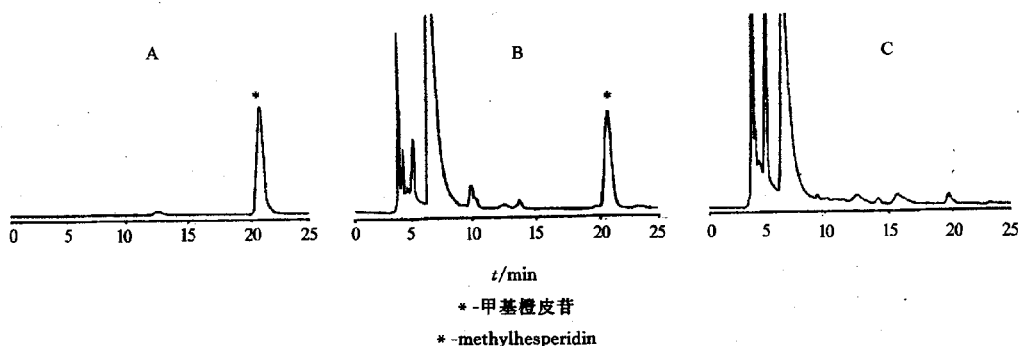


图1 甲基橙皮苷对照品(A)、脑络通胶囊(B)和阴性对照(C)的HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of methylhesperidin reference substance (A), Naoluotong Capsula (B), and negative sample (C)

均回收率为100.03%,RSD为0.32%。

2.11 样品测定:取3批脑络通胶囊,制备供试品溶液。精密吸取供试品溶液和对照品溶液各5 μL,按色谱条件进样测定,外标一点法计算甲基橙皮苷的质量分数,结果见表1。

表1 脑络通胶囊中甲基橙皮苷的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of methylhesperidin in Naoluotong Capsula (n=3)

批号	甲基橙皮苷/(mg·粒 ⁻¹)	RSD/%
20060403	6.4	0.68
20060502	6.6	0.42
20060503	6.9	0.59

3 讨论

甲基橙皮苷在碱液中易开环生成查耳酮类似物,而在酸性溶液中较稳定,故实验选择在酸性环境中检测。对不同比例和不同pH值的流动相系统进行了考察,结果表明甲醇-0.3%冰醋酸溶液(38:62)具有最佳的分离效果。

甲基橙皮苷对照品溶液在200~400 nm波长进行扫描,结果在283 nm波长处有最大吸收,故选择283 nm作为甲基橙皮苷的测定波长。

Reference:

- [1] Suo Z R, Zheng J B, Zhu X H. HPLC Analysis of methylhesperidin and vitamin C in compound trivitamin and linolic acid soft capsules [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2005, 25(9): 1012-1014.

RP-HPLC 法测定荆芥饮片中齐墩果酸和熊果酸

曹雨诞,张丽,杨梅,丁安伟*

(南京中医药大学药学院,江苏 南京 210029)

荆芥为唇形科植物荆芥 *Schizonepeta tenuifolia* Briq. 的干燥地上部分,主产于河北、江苏、安徽、山东。荆芥最早以“假苏”一名载于《神农本草经》,被列为中品,荆芥之名始载于《吴普本草》。荆芥性温、味辛,亦有人认为其性平或凉;其生品具有祛风解表,宣毒透疹,散瘀止血之功效,主治风寒感冒、咽喉肿痛、头痛、风疹、麻疹、疮疡初起等多种皮肤病。荆芥穗饮片效用同荆芥,唯发散性较强。荆芥炒炭后专攻止血,用于吐血、衄血、便血、崩漏、产后血晕等。荆芥及荆芥炭中含有齐墩果酸和熊果酸^[1]。为探讨荆芥

炭止血机制,考察荆芥炒炭前后化学成分的变化,本实验以甲醇为提取溶剂,超声提取,采用高效液相色谱法测定荆芥各饮片中齐墩果酸和熊果酸的量。

1 仪器和试剂

Waters515 高效液相色谱仪, Waters2487 紫外检测器, Waters717 自动进样器。

齐墩果酸(批号110742-200214)和熊果酸(批号11072-200314)对照品由中国药品生物制品检定所提供。

甲醇为色谱纯(淮安精细化工研究所),水为亚

收稿日期:2007-03-02

基金项目:国家“十五”攻关项目(2001BA701A11)

*通讯作者 丁安伟 Tel:(025)85811523 E-mail:daw105@163.com

HPLC法测定脑络通胶囊中甲基橙皮苷

作者: [商量](#), [章春宇](#), [李红岩](#), [商慧娟](#), [王威](#)

作者单位: [商量\(吉林省肿瘤医院, 吉林, 长春, 130012\)](#), [章春宇\(长春医学高等专科学校, 吉林, 长春, 130051\)](#), [李红岩, 王威\(吉林省中医中药研究院, 吉林, 长春, 130021\)](#), [商慧娟\(吉林省药品检验所, 吉林, 长春, 130062\)](#)

刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)

英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)

年, 卷(期): 2007, 38 (12)

参考文献(1条)

1. [Suo Z R;Zheng J B;Zhu X H HPLC Analysis of methylhesperidin and vitamin C in compound trivitamin and linolic acid soft capsules](#)[期刊论文]-[药物分析杂志](#) 2005 (09)

本文读者也读过(4条)

1. [苏明武, 袁征, 尹久, 史小四, Su Mingwu, Yuan Zheng, Yin Jiu, Shi Xiaosi HPLC法测定脑络通胶囊中甲基橙皮苷的含量](#)[期刊论文]-[中国药师](#)2007, 10 (11)
2. [贺建春, 黄兰珍, 余彦海 HPLC测定维尔康胶囊中甲基橙皮苷的含量](#)[期刊论文]-[西北药学杂志](#)2008, 23 (3)
3. [王瑾 橙皮甙衍生物的合成工艺研究](#)[学位论文]2003
4. [严绍华 高效液相色谱法测定合成液中甲基橙皮苷含量的研究](#)[会议论文]-2008

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200712022.aspx