

RP-HPLC 测定滋阴明目片中马钱苷含量

李卫平¹, 王连平², 邹龙², 李欢欢², 刘红宇^{3*}

(1. 岳阳职业技术学院, 湖南 岳阳 414000; 2. 湖南中医药大学, 长沙 410208;
3. 湖南中医药大学第一附属医院, 长沙 410208)

[摘要] 目的: 建立滋阴明目片中马钱苷的含量测定方法。方法: 采用 HPLC, 色谱条件为 Kromasil ODS 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 25 °C, 流动相水-乙腈 (90:10), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 240 nm。结果: 马钱苷在 0.16 ~ 0.8 μg 线性关系良好, 回归方程 $Y = 2117.5X - 10.638$ ($r = 0.9995$), 平均加样回收率 99.79%, RSD 0.64% ($n = 6$)。结论: 该方法可靠、稳定、快速、重复性好。

[关键词] 马钱苷; 高效液相色谱; 含量测定; 滋阴明目片

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2013)11-0067-03

[doi] 10.11653/syfyj2013110067

Determination of Loganin in Ziyin Mingmu Tablets by RP-HPLC

LI Wei-ping¹, WANG Lian-ping², ZOU Long², LI Huan-huan², LIU Hong-yu^{3*}

(1. Yueyang Vocational Technical College, Yueyang 414000, China;

2. Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410208, China;

3. The First Hospital of Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410208, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determining the content of loganin in Ziyin Mingmu tablets. **Method:** HPLC was adopted, chromatographic conditions were as followings: Kromasil ODS column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), column temperature at 25 °C, mobile phase of water-acetonitrile (90:10), flow rate 1.0 mL·min⁻¹, detection wavelength 250 nm. **Result:** The linear range of loganin was 0.16-0.8 μg, the regression equation of it was $Y = 2117.5X - 10.638$ ($r = 0.9995$), the average recovery was 99.79% with RSD 0.64% ($n = 6$). **Conclusion:** This method was reliable, rapid and reproducible, so it could be used for quality control of Ziyin Mingmu tablets.

[Key words] loganin; HPLC; content determination; Ziyin Mingmu tablets

滋阴明目方为湖南中医药大学第一附属医院眼科协定处方制剂, 由黄精、熟地黄、枸杞、茯苓、当归、川芎、三七、丹皮、菟丝子、牛膝、淮山药、山茱萸、丹参、石决明、石菖蒲、楮实子、羌活组成。临床已使用二十余年, 安全可靠、疗效确切。滋阴明目方制成滋

阴明目丸自获准(湘卫药剂 9805035)批文后, 临床用于治疗视网膜色素变性、视神经萎缩、黄斑变性、高度近视眼低退行性病变及中心性浆液性视网膜脉络膜病变、老年性白内障患者, 近 10 年来, 已治愈近万例患者, 未见任何不良反应。滋阴明目片是滋阴明目丸改剂型而成, 具有滋阴活血、健脾理气等功效, 对原发性视网膜色素变性等眼疾疗效颇佳^[1-5]。本实验拟建立 RP-HPLC 对滋阴明目片中马钱苷含量的测定方法, 为滋阴明目片的质量控制提供参考^[6-8]。

1 材料

1100 系列高效液相色谱系统(美国安捷伦科技有限公司), AR2140 型电子天平(奥豪斯科技有限

[收稿日期] 20121224(015)

[基金项目] 湖南省中医药管理局科研计划项目(201124)

[第一作者] 李卫平, 学士, 讲师, 从事中药新制剂工艺与质量标准的研究, Tel: 13575002486, E-mail: yzyliwei ping@126.com

[通讯作者] *刘红宇, 硕士, 副主任药师, 从事中药新制剂的工艺与质量标准研究, Tel: 13873167690, E-mail: lhy9544@163.com

公司), 滋阴明目片及其阴性样品(实验室自制), 马钱苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 111640-201005), 乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯, 水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Kromasil ODS 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相水-乙腈(90:10), 柱温 25 °C, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 进样量 10 μL, 理论板数按马钱苷峰计算不低于 3 000。

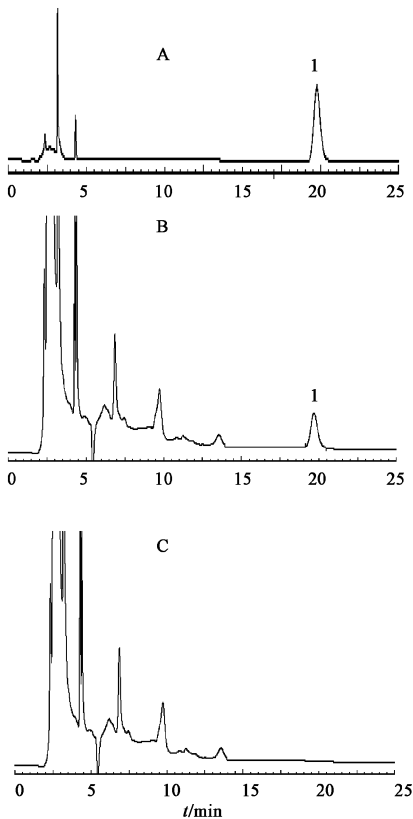
2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品 精密称取马钱苷对照品 0.004 0 g, 加 80% 甲醇制成 40 mg·L⁻¹ 的溶液, 即得。

2.2.2 供试品 称取滋阴明目片 10 片, 约 5.0 g, 研细, 精密称取 3.367 5 g, 加 80% 甲醇溶解并过滤, 滤液定容于 50 mL 量瓶中, 即得。

2.2.3 阴性对照 按滋阴明目方制备缺山茱萸的样品, 按 2.2.2 项下方法制成阴性对照溶液。

2.3 系统适用性试验 取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液, 分别进样 10 μL, 记录色谱图。见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照; 1. 马钱苷

图 1 滋阴明目片 HPLC

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系的考察 精密吸取马钱苷对照品

溶液 4, 6, 8, 10, 20 μL 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 得线性回归方程 $Y = 2\ 117.5X - 10.638$ ($r = 0.999\ 5$), 表明马钱苷在 0.16 ~ 0.8 μg 线性关系良好。

2.4.2 精密度试验 精密吸取供试品溶液 10 μL, 连续进样 5 次, 测定峰面积值, 结果 RSD 0.86%。

2.4.3 稳定性试验 取供试品溶液(批号 20120816), 分别于 0, 1, 2, 4, 8 h 进样测定, 结果 RSD 1.8%, 说明供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.4.4 重复性试验 取同一批样品(批号 20120816), 按 2.2.2 项下方法制备 5 份供试品溶液, 进样, 结果马钱苷含量的 RSD 1.5%, 表明该方法重复性良好。

2.4.5 加样回收率试验 称取批号 20120816 的样品(马钱苷 0.300 8 mg/片, 0.601 6 mg·g⁻¹) 约 0.4 g, 共 5 份, 研细, 精密称定, 加 80% 甲醇溶解于具塞锥形瓶中, 精密加入马钱苷对照品适量, 分别进样测定, 计算平均回收率 99.79%, RSD 0.64%, 见表 1。

表 1 马钱苷加样回收率试验

No.	取样量 /g	样品中质量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%
1	0.380 6	0.228 9	0.23	0.457 6	99.43
2	0.380 5	0.228 6	0.23	0.457 8	99.65
3	0.380 8	0.229 0	0.24	0.467 9	99.54
4	0.380 6	0.228 8	0.24	0.470 9	100.9
5	0.387 2	0.228 7	0.25	0.478 9	100.1
6	0.387 1	0.228 6	0.25	0.476 2	99.10

2.5 样品测定 取 10 批样品适量, 按建立的方法进行含量测定, 结果马钱苷平均质量分数 0.601 7 mg·g⁻¹, RSD 2.5%, 故暂定本品每片含马钱苷(C₁₇H₂₆O₁₀)计, 不得少于 0.300 8 mg。

3 讨论

山茱萸具有温补肝肾、固涩精气之功效, 含有大量环烯醚萜苷类化合物, 马钱苷属于其中之一。现代研究表明马钱苷具有抗休克、提高记忆力的功效^[9], 为滋阴明目方中有效成分, 故选取采用 HPLC 测定马钱苷含量作为滋阴明目片的质量控制指标。

采用《中国药典》2010 年版中马钱苷含量测定方法, 即以水-乙腈(85:15)^[10] 为流动相, 对照品出峰时间 5.956 min, 与溶剂峰很难分开; 考察采用水-乙腈(88:12) 和水-乙腈(90:10) 为流动相^[11-13], 发现后者马钱苷峰与杂质峰分离较好。方法学考察表明, 该仪器性能良好, 建立的方法简便快速、稳定可

麻杏苿龙合剂的质量标准评价

马彦江*

(河南中医学院第一附属医院, 郑州 450000)

[摘要] 目的:建立麻杏苿龙合剂的质量标准。方法:采用 TLC 对麻杏苿龙合剂中麻黄、黄芩、地龙、甘草进行定性鉴别;采用 HPLC 测定麻杏苿龙合剂中黄芩苷含量。结果:TLC 表明专属性强,阴性无干扰;黄芩苷回归方程 $Y = 1.5523 \times 10^6 X + 9.4286$ ($r = 0.9999$),线性范围 $0.1152 \sim 0.8064 \mu\text{g}$,平均加样回收率 98.6% ($\text{RSD } 1.44\%$)。结论:建立的方法简便、准确、灵敏度高,可用于有效控制麻杏苿龙合剂的质量。

[关键词] 麻杏苿龙合剂;薄层色谱法;高效液相色谱;质量标准

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)11-0069-03

[doi] 10.11653/syfy2013110069

Quality Standard Evaluation of Mxing Qinlong Mixtures

MA Yan-jiang*

(The First Affiliated Hospital of Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450000, China)

[Abstract] **Objective:** To establish quality standard of Mxing Qinlong mixtures. **Method:** TLC was used to qualitative identification of *Ephedra sinica*, *Scutellaria baicalensis*, *Pheretima aspergillum*, *Glycyrrhiza uralensis* in Mxing Qinlong mixtures; The content of baicalin in Mxing Qinlong mixtures was determined by

[收稿日期] 20121203(022)

[通讯作者] *马彦江, 学士, 中药师, 从事中药制剂研究, Tel:15237118286, E-mail:mayjstudy@163.com

靠、重复性好,可用于滋阴明目片的质量控制。

[参考文献]

- [1] 彭爱国,宿绍敏.养血滋阴明目丸治疗老年性白内障的临床观察[J].中国民族民间医药杂志,2010,19(7):149.
- [2] 李波,张波涛,李传课,等.滋阴明目丸治疗湿性老年性黄斑变性的临床观察[J].中国中医眼科杂志,2007,17(6):311.
- [3] 喻京生,李传课,彭清华,等.滋阴明目丸治疗老年性白内障的临床观察[J].河北中医,2007,29(4):339.
- [4] 谭峻英.滋阴明目丸合血塞通片治疗早期老年黄斑变性 22 例[J].湖南中医杂志,2002,18(3):61.
- [5] 李波,邝国平,李传课,等.滋阴明目丸治疗肝肾阴虚萎缩型老年性黄斑变性的临床和实验研究[J].中国中医眼科杂志,2001,11(4):206.
- [6] 张燕,宋鹏飞. HPLC 法测定清眩糖浆中马钱苷的含量[J].解放军药学报,2012,28(4):353.
- [7] 朱砂,梁晋如,何姣,等. HPLC 法同时测定不同产地

及不同采收时间山茱萸中三个环烯醚萜苷的含量[J].药物分析杂志,2012,32(7):1235.

- [8] 刘朋欣,刘春丽,朱岩. HPLC 法测定杞菊地黄口服液 中马钱苷的含量[J].黑龙江医药,2012,25(1):16.
- [9] 梁晋如,何姣,朱砂,等.山茱萸中莫诺苷和马钱苷的 药理作用及提取分离方法研究进展[J].中国药理通 讯,2011;29(4):29.
- [10] 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,2010:26.
- [11] 张乐,李兴华,马小亚,等.山茱萸纳米软胶囊的制备 及含量测定[J].中国实验方剂学杂志,2011,17 (20):30.
- [12] 龚卫红,赵希贤.双波长高效液相色谱法测定山茱萸 中多种成分的含量[J].中国实验方剂学杂志,2010, 16(14):58.
- [13] 王裴芳,谢丽,许宝海,等.六味地黄颗粒中马钱苷含 量测定的研究[J].中国实验方剂学杂志,2010,16 (8):52.

[责任编辑 仝燕]