

HPLC 测定宁心安神颗粒中马钱苷的含量

凌科^{1*}, 张建民¹, 徐萧槿¹, 关晶²

(1. 首都儿科研究所附属儿童医院, 北京 100020;

2. 北京首都儿科研究所附属儿童医院药厂, 北京 101340)

[摘要] 目的: 建立宁心安神颗粒中马钱苷的含量测定方法。方法: 用 Phenomenex-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm ×150 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水梯度洗脱; 检测波长: 240 nm; 柱温: 30 ℃。结果: 马钱苷对照品在 0.02 ~0.40 μg 范围内, 进样量与峰面积间呈良好的线性关系, $r=0.9999$, 平均回收率 97.10%。结论: 该方法结果准确, 重复性好, 可作为该制剂的含量测定方法。

[关键词] 宁心安神颗粒; 马钱苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)05-0076-02

Determination of Loganin in Ningxinanshen Particles by HPLC

LING Ke^{1*}, ZHANG Jian-min¹, XU Xiao-jin¹, GUAN Jing²

(1. Childrens Hospital Affiliated Capital Institute of Pediatrics, Beijing 100020, China;

2. Beijing Shouer Pharmaceutical Factory)

[Abstract] **Objective:** To determine the content of Loganin in Ningxinanshen Particles by HPLC. **Method:** Phenomenex C₁₈ (4.6 mm ×250 mm, 5 μm) column was used. Acetonitrile-water by was used as a mobile phase gradient elution, flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ and detection wavelength at 240 nm. **Result:** Loganin was linear in the rage of 0.02 ~0.40 μg Loganin, the correlation coefficient(r) was 0.9999. The average recovery rate was 97.10%, RSD was 1.14%. **Conclusion:** The method can be used for quality control of Ningxinanshen Particles.

[Key words] Loganin; Ningxinanshen Particles; HPLC

宁心安神颗粒由黄芪、白术、山茱萸、丹参、远志、酸枣仁等组成, 具有补气养血, 宁心安神的功能。本研究参照文献^[1-2]采用高效液相色谱法测定了山茱萸中马钱苷的含量, 并对测定方法学进行了研究, 以利更好的控制药品质量。

1 仪器与试药

美国安捷伦 HP1100 高效液相色谱仪。马钱苷对照品(批号 111640-200401, 纯度 99.2%) 中国药品生物制品检定所提供。样品宁心安神颗粒(批号 070301, 070302, 070303) 及缺山茱萸的阴性样品, 均由首都儿科研究所药剂科提供。试剂乙腈为色谱

纯, 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 Phenomenex-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水梯度洗脱见表 1; 检测波长: 240 nm; 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 柱温: 30 ℃; 进样量: 10 μL。

表 1 流动相梯度洗脱程序表

时间/min	乙腈/%	水/%
0	5	95
30	15	85

2.2 对照品溶液的制备 精密称取马钱苷适量, 加 80% 甲醇制成每 1 mL 含 20 μg 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 1 g, 精密称定, 精密加入 80% 甲醇 50 mL, 称定重量, 加热回流 1 h, 放冷, 用甲醇补足重量, 摇匀, 滤膜(0.45 μm) 滤过, 即得。

[收稿日期] 2010-02-21

[通讯作者] * 凌科, 男, 副主任药师, 主要从事药事管理、药物研究及医院制剂; Tel: (010) 81472797; E-mail: zjmo515@yahoo.com.cn

2.4 阴性样品溶液的制备 取不含山茱萸的阴性制剂,按 2.3 项制备溶液,以上述色谱条件测定。结果阴性试液在与马钱苷对照品相同保留时间处无色谱峰出现,故认为无干扰。见图 1~3。

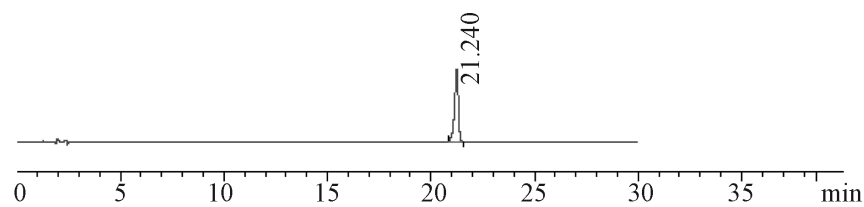


图 1 对照品色谱图

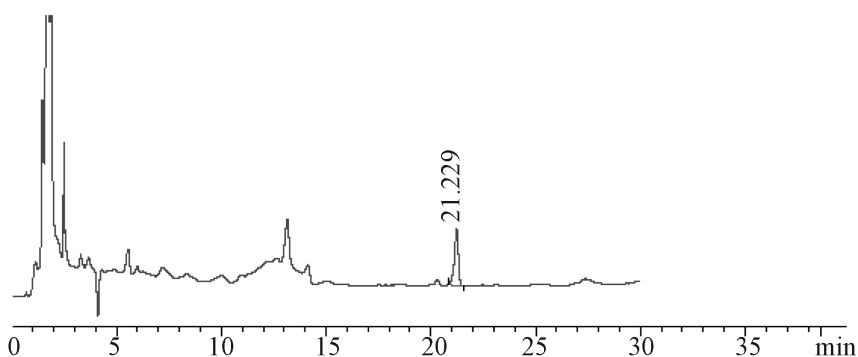


图 2 供试品色谱图

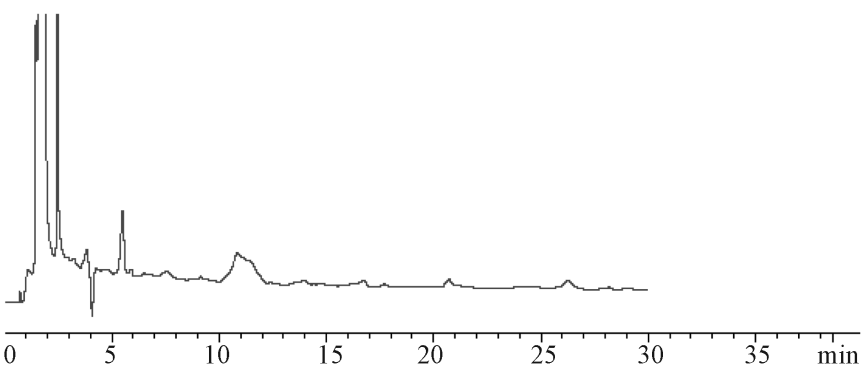


图 3 阴性供试品色谱图

2.5 线性考察试验 精密吸取马钱苷对照品溶液 ($0.05 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 0.5, 1, 2, 4, 8 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取 10 μL ,注入高效液相色谱仪,按上述色谱条件进行测定,记录峰面积,结果 $A = 1.50 \times 10^3 C - 8.1 \times 10^{-1}$, $r = 0.9999$;线性范围 0.02~0.40 μg 。

2.6 精密度试验 取同一供试品溶液,连续进样 6 次,进样 10 μL ,测定峰面积,其相对标准偏差 $RSD = 1.15\%$,本实验精密度较好。

2.7 重复性试验 取同一批样品(批号 070301),分别制备 6 份供试品溶液,按上述色谱条件测定马钱苷含量,其相对标准偏差 $RSD = 0.66\%$,本方法重复性较好。

2.8 稳定性试验 取同一份供试品溶液,分别于配制后 0, 2, 4, 6, 8 h,进样 10 μL ,记录峰面积,结果表明马钱苷在供试品溶液中 8 h 内稳定,其相对标准偏差 $RSD = 1.59\%$ 。

2.9 加样回收试验 采用加样回收法,精密称取已知含量 ($0.79 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 的同批样品 6 份,每份约为 0.5 g,置锥形瓶中,分别精密加入马钱苷对照品溶液 ($0.037 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 各 10 mL,甲醇 40 mL,混匀,精密称定,按上述含量测定方法测定马钱苷含量,计算回收率,见表 2。

表 2 马钱苷回收率测定

No.	样品含量 /mg	马钱苷加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.3974	0.37	0.7591	97.75		
2	0.3971	0.37	0.7491	95.14		
3	0.3978	0.37	0.7576	97.25		
4	0.3975	0.37	0.7562	96.96	97.10	1.14
5	0.3973	0.37	0.7565	97.06		
6	0.3972	0.37	0.7615	98.44		

2.10 样品的测定 3 批样品按上述含量测定方法测定,含量分别为 6.2, 5.9, 6.0 mg/袋。

3 讨论

本研究曾采用 2005 版《中国药典》山茱萸项下收载的乙腈-水(15:85)流动相进行试验,结果供试品色谱峰分离度较差,经过多次摸索,采用本文的流动相,供试品各色谱峰之间可达到良好分离。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京:化学工业出版社,2005:20.

[2] 许丹,赖道万,孙文基. HPLC 法测定明目地黄丸及耳聋左慈丸中马钱苷的含量[J]. 药物分析杂志,2006,26(4):528.