

# 心痛宁胶囊中淫羊藿苷的 HPLC 测定

王隶书, 程东岩, 朱 杰

(吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

**摘要:** 目的: 建立复方二类新药心痛宁胶囊中淫羊藿苷的含量测定方法。方法: HPLC 法, 流动相: 乙腈-水(30: 70), 检测波长 270nm。结果: 淫羊藿苷线性范围为 0.27~ 1.35 $\mu$ g, 平均回收率 99.0%, RSD 为 1.9%。结论: 方法可靠, 简单可行, 为控制心痛宁胶囊的内在质量提供了科学依据。

**关键词:** 心痛宁胶囊; 淫羊藿苷; 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(2003)04-0015-02

## Determination of Icarin in Xintongning Capsule by HPLC

WANG Li-shu, CHENG Dong-yan, ZHU Jie

(Academy of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica of Jilin Province, Changchun 130021, China)

**Abstract:** Object: To set up a method for determining icaric acid in Xintongning Capsule. Methods: HPLC, mobile phase: acetonitrile-water(30: 70), detection wavelength: 270nm. Results: Linearity of icaric acid was obtained in the range of 0.27~ 1.35 $\mu$ g. The average recovery and RSD were 98.96% and 1.8%, respectively. Conclusion: This method is accurate, reliable and provides a scientific index for controlling the quality of Xintongning Capsule.

**Key words:** Xintongning Capsule; icaric acid; HPLC

心痛宁胶囊是我院新药中心开发研制的中药复方二类新药, 现在已经完成了申报临床前的全部基础实验工作, 正在申报临床批号。药效学结果表明, 本品对垂体后叶素所致大鼠心肌缺血具有明显的保护作用, 并且具有明显的增强冠脉流量、提高心肌营养性血流量、降低心肌耗氧量的抗冠心病作用。淫羊藿为方中主药, 其主要活性成分为淫羊藿苷。淫羊藿苷的含量测定方法有薄层洗脱-紫外分光光度法、HPLC 法<sup>[1]</sup>。为有效地控制其内在质量, 我们以高效液相色谱法<sup>[2]</sup>测定了有效成分之一淫羊藿苷的含量。

## 1 仪器与试剂

Waters 600 高效液相色谱仪, 486 紫外分光检测器; 日立 U-3400 型分光光度计; 淫羊藿苷对照品, 由中国药品生物制品检定所购入(供含量测定用), 心痛宁胶囊, 本院新药中心剂型研究室制备; 所用试剂

乙腈为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

## 2 色谱条件的确定

高效液相色谱分析条件为: ODS-C<sub>18</sub> 柱, 以乙腈-水(30: 70) 为流动相, 柱温 40℃, 检测波长 270nm。对照品, 样品, 阴性液(取处方中除去淫羊藿以外的其它药材, 同成品胶囊制备方法制成淫羊藿阴性胶囊, 并同样品供试液制法制成阴性液)。

## 3 方法与结果

**3.1 线性关系的考察** 精密称取淫羊藿苷对照品 3.38mg, 置 25ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

精密吸取对照品溶液 1.2.3.4.5ml, 分别置 5ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为系列对照品溶液。分别吸取上述五份对照品溶液各 10 $\mu$ l, 按上述色谱条件测定, 以进样量( $\mu$ g) 为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 回归方程:  $Y = -28927.9 + 2152147X$ ,  $r = 0.9999$ 。线性范围在 0.27 $\mu$ g~ 1.35 $\mu$ g 之间。

**3.2 精密度试验及供试液稳定性实验** 对同一样品供试液, 间隔 1h 进样一次, 重复进样测定 6 次, 以测定结果的相对标准偏差(*RSD*) 来反映测定结果的精密度及供试液的稳定性, 结果  $RSD = 2.07\%$  ( $n = 6$ ), 因测定试验在 8h 完成, 所以说供试液在 8h 内稳定性好, 且精密度较好。

**3.3 重现性实验** 分别称取本品同一批号样品 6 份, 依法制备 6 份供试品溶液, 进行 6 次独立测定, 以测定结果的相对标准偏差反映测定结果重现性, 结果  $RSD = 2.26\%$  ( $n = 6$ ), 说明本方法重现性良好。

**3.4 回收率实验** 在已知含量的样品粉末中, 定量加入一定量的淫羊藿苷对照品, 依法操作, 进样测定, 结果见表 1。

表 1 淫羊藿苷回收率测定结果

编号	原有量	加入量	测得量	回收率	$\bar{x}$	<i>RSD</i>
1	0.464	0.406	0.863	98.3		
2	0.460	0.406	0.862	99.0		
3	0.508	0.406	0.899	96.3	99.0	1.9
4	0.489	0.406	0.900	101.2		
5	0.483	0.406	0.889	100.0		

本方法平均回收率 99.0%, 且  $RSD < 2\%$ , 说明本方法回收率良好。

**3.5 心痛宁胶囊中淫羊藿苷的测定结果** 精密称取本品内容物约 40mg, 置 10ml 量瓶中, 加甲醇 8ml 超声处理 5min, 以甲醇稀释至刻度, 摇匀, 静置 10min, 取上清液作为供试品溶液。另称取淫羊藿苷对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液, 作为对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 10 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

依法测定 5 批样品, 结果如表 2。

表 2 不同批次心痛宁胶囊中淫羊藿苷的测定结果

样品批次	淫羊藿苷含量(mg/粒)
010612	9.77
010712	8.99
020305	8.26
020406	11.54
020511	7.68

#### 参考文献:

- [1] 王玉萍, 郭宝林. 仙灵骨葆胶囊中总黄酮及淫羊藿苷的含量测定[J]. 中草药, 2000, 31(10): 741-743.
- [2] 中华人民共和国药典版[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 267.