

HPLC 法测定天力胶囊中淫羊藿苷的含量

林莲莲, 张传鹏, 贾文斌

(济南军区青岛第一疗养院中医科, 山东 青岛 266071)

摘要: 目的: 建立天力胶囊中淫羊藿苷的含量测定方法。方法: 参考文献报道, 采用 HPLC 法测定天力胶囊中淫羊藿苷的含量, 并考察溶剂的选择及用量、提取时间和流动相对含量测定的影响。结果: 本法线性关系良好, 平均加样回收率为 98.46%, RSD 为 1.78% ($n=9$)。结论: 本法快速、简便、回收率高, 结果准确可靠。

关键词: HPLC 法; 天力胶囊; 淫羊藿苷

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2005)01-0019-02

天力胶囊是由淫羊藿、鹿角、骨碎补、土鳖虫等药材精制而成的纯中药复方制剂, 有补益肝肾、强筋壮骨、活血止痛之功效, 用于骨质疏松症、退行性骨关节病等症。淫羊藿为方中君药, 其中淫羊藿苷为淫羊藿中补肝肾、强筋骨的有效成分之一, 为了有效地控制该产品的内在质量, 本研究建立了 HPLC 法测定该制剂中淫羊藿苷含量的方法。

1 仪器与试药

Waters (2690-996) 高效液相色谱仪, SarcoIm1-BP211D 型电子天平, CQ-超声波清洗仪。天力胶囊为本单位自制, 淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所提供, 供含量测定用, 批号: 0737-2002111)。乙腈为色谱纯, 甲醇为分析纯, 水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Inertsil-ODS 柱(150nm × 4.6mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-水(28: 72); 流速: 1mL/min; 检测波长: 270nm; 柱温: 30℃; 进样量: 10 μ L。理论塔板数以淫羊藿苷计算应不低于 2000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取淫羊藿苷对照品 20.94mg, 用甲醇溶解定容至 100mL, 作为贮备液(209.4 μ g/mL)。分别精密吸取此贮备液, 加甲醇稀释配制成浓度为 8.376, 16.75, 41.88, 83.76, 167.5, 209.4 μ g/mL 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品内容物 50mg, 精密称定, 置 50mL 量瓶中, 加甲醇 30mL, 超声处理 10min, 放冷, 再加甲醇至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过, 取续滤液作为供试品溶液。按上述

色谱条件测定, 绘制淫羊藿苷对照品和供试品的色谱图。在供试品色谱图中, 与对照品色谱图中相同保留时间处有色谱峰。

2.4 标准曲线与线性范围 取上述对照品溶液 10 μ L 依次进样, 每一浓度进样两次, 记录色谱图。以峰面积平均值为纵坐标, 进样量为横坐标绘制标准曲线, 结果表明淫羊藿苷进样量在 0.084 ~ 2.094 μ g 与峰面积线性关系良好, 回归方程为 $Y = 2283512X - 36832$, $r = 0.9999$ 。

2.5 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液(104.7 μ g/mL) 10 μ L, 重复进样 6 次, 测定淫羊藿苷的峰面积值, 结果 RSD= 0.20%。

2.6 重复性试验 取同一批样品(021001) 6 份, 分别按供试品溶液制备法制备, 测定其淫羊藿苷峰面积, 计算, 样品中淫羊藿苷平均含量为 128.2mg/g, RSD 为 0.85%。

2.7 加样回收率试验 取已知含量 128.2mg/g 的样品共 9 份, 每份 30mg, 精密称定, 分为 3 个梯度, 分别精密加入淫羊藿苷对照品溶液(390.6 μ g/mL) 各 2.5, 5, 10mL, 配制成加样供试品溶液。按供试品溶液制备方法制备, 测定含量, 计算, 结果加样回收率为 98.46%, RSD= 1.78% ($n=9$)。

2.8 样品测定 取 3 批提取物, 按上述供试品溶液制备方法及色谱条件进行测定, 以外标法计算含量, 结果见表 1。

表 1 天力胶囊中淫羊藿苷含量($n=3$)

批号	淫羊藿苷含量(mg/g)	RSD%
020411	135.5	0.52
020613	131.3	0.23
021022	128.2	0.89

收稿日期: 2004-05-10

通讯作者: 林莲莲, Tel: (0532) 3985844, E-mail: linlianlian@sina.com

3 讨论

时间和溶剂及用量的选择对天力胶囊中淫羊藿苷的测定影响较大,因此对上述因素进行了考察,结果见表 2、3。提取 10min 后淫羊藿苷的量基本不再增加,故提取时间定为 10min。

表 2 提取时间的考察

时间(min)	10	20	30	40
含量(mg/粒)	38.60	38.62	38.65	38.65

表 3 溶剂及用量的考察

提取方法 (30min)	氯仿脱脂 后甲醇提	氯仿脱脂 后乙醇提	甲醇	样品: 甲醇 (1:2)	样品: 甲醇 (1:4)	样品: 甲醇 (1:6)
峰面积	699794	686890	701794	696936	701235	702560

本实验进行流动相选择时,曾试验了条件 I 乙腈-水(28: 72), II 甲醇-水(60: 40), III 甲醇-乙腈-水(45: 10: 45)和 IV 甲醇-水-冰醋酸(60: 40: 0.5) 4 种流动相体系。经比较发现,流动相 I 条件下样品中的淫羊藿苷主峰与杂质峰分离度最佳,且与其他条件下色谱图有较大差异。相同供试液分别在前述 4 种条件下测定,最终提取物中淫羊藿苷的含量出入甚

大(含量分别为 128.2, 219.0, 220.4, 224.6mg/g)。从图谱和计算的结果来看,参考文献^[5]所述,条件 II, III, IV 测定结果偏高的原因推测为未能将 epimedin C 与淫羊藿苷有效分离,故计算值实际为两者的总和;而条件 I 则有效分离,所测值为淫羊藿苷单体含量。因此,在作淫羊藿测定时,应注意流动相体系的选择,以求获得准确结果。

参考文献:

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[S]. 2000 年版. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 267-269.

[2] 张远, 肖承海, 张国岩, 等. HPLC 法测定淫羊藿中淫羊藿苷的含量[J]. 中国中药杂志, 1995, 20(5): 265-266.

[3] 贺淑泽, 郭伯林. 不同产地淫羊藿成分差异研究[J]. 药物分析杂志, 1996, 16(5): 291-294.

[4] 王云剑, 孟欣欣, 李强, 等. RP-HPLC 法测定阴春玉液中淫羊藿苷的含量[J]. 中草药, 1996, 27(11): 664-665.

[5] 王明祖, 程玉海. HPLC 常用中草药高效液相色谱分析[M]. 北京: 北京科技技术出版社, 1999. 257-259.