

# HPLC 测定前列舒乐胶囊中淫羊藿苷的含量

王蕊<sup>1</sup>, 张锋<sup>1</sup>, 李长富<sup>2</sup>, 朱玲玲<sup>2\*</sup>

(1. 河南省医药学校, 河南 开封 475001;

2. 中美华医(河北)制药有限公司, 河北 廊坊 065201)

**[摘要]** 目的: 为建立 HPLC 测定淫羊藿中淫羊藿苷含量的方法。方法: 采用 BDS HYPERSIL C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6mm × 25mm, 5μm); 流动相: 乙腈-水 (30:70); 检测波长: 270nm; 流速: 1.0mL·min<sup>-1</sup>。结果: 淫羊藿苷在 0.506 ~ 2.024μg 呈良好的线性关系,  $r=0.9996$ , 平均回收率 99.4%, RSD=1.08% ( $n=5$ )。结论: 该方法简便、准确、重现性好, 可作为控制前列舒乐胶囊质量的方法。

**[关键词]** 前列舒乐胶囊; 淫羊藿苷; HPLC

前列舒乐胶囊是在不改变生产工艺的前提下, 由前列舒乐颗粒改剂型制成的新药。前列舒乐颗粒收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第十二册<sup>[1]</sup>, 为保证产品质量, 进行了本处方君药淫羊藿所含主要有效成分淫羊藿苷的含量测定方法的研究。我们以 70% 乙醇作提取溶剂, 超声处理, 定容后进行 HPLC 测定, 方法简便、快速、重现性好, 其他成分无干扰, 可作为前列舒乐胶囊的质控指标。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

SY-5100 型高效液相色谱仪 (北京北分瑞利分析仪器(集团)有限责任公司), BF9202 色谱数据工作站 (北京北分瑞利分析仪器(集团)有限责任公司), 梅特勒-托利多 AB265-S 分析天平 (梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司, 精密密度: 1/10 万), KQ-50B 型超声波提取器 (昆山市超声仪器有限公司)。

### 1.2 试剂

淫羊藿苷标准品购自中国药品生物制品检定所, 批号 110737-200312, 含量测定用。前列舒乐胶囊, 中美华医(河北)制药有限公司生产, 批号 040901, 040902, 040903。纯化水, 乙腈为色谱纯, 乙醇、甲醇为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件与系统适用性试验<sup>[2]</sup>

色谱柱为 BDS HYPERSIL C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6mm

×25mm, 5μm); 流动相: 乙腈-水 (30:70); 检测波长: 270nm; 流速: 1.0mL·min<sup>-1</sup>; 柱温: 室温。理论板数按淫羊藿苷峰计算不低于 2000。

### 2.2 对照品溶液的制备

取淫羊藿苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇溶解制成每 1mL 含 0.1mg 的溶液。

### 2.3 供试品溶液的制备

取装量差异项下的本品内容物适量, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 乙醇溶液 20mL, 称定重量, 超声处理 40min。取出, 放冷, 称重, 用 70% 乙醇溶液补足损失的重量, 摇匀, 滤过, 续滤液作为供试品溶液。

### 2.4 阴性对照溶液的制备

按处方比例称取除淫羊藿以外的其余药味, 按制备工艺制成缺淫羊藿的阴性样品, 按上述供试品制备方法制成缺淫羊藿的阴性对照溶液。

### 2.5 阴性对照试验

按上述色谱条件, 取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液, 各进样 10μL 进行测定, 结果见图 1~3。结果表明, 在淫羊藿苷相同保留时间处, 供试品有色谱峰出现, 阴性样品无色谱峰出现, 表明阴性样品无干扰。

### 2.6 线性关系考察

取浓度为 0.506mg·mL<sup>-1</sup> 淫羊藿苷对照品溶液, 分别精密量取 1.0, 1.5, 2.0, 3.0, 4.0mL 置 10mL 量瓶中, 分别加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度为 0.0506, 0.0759, 0.1012, 0.1518,

[通讯作者] \*朱玲玲, Tel: (0316) 5996859, E-mail: hnzhuilingling@sina.com。

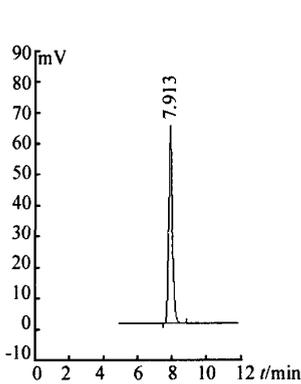


图1 淫羊藿苷对照品 HPLC 图

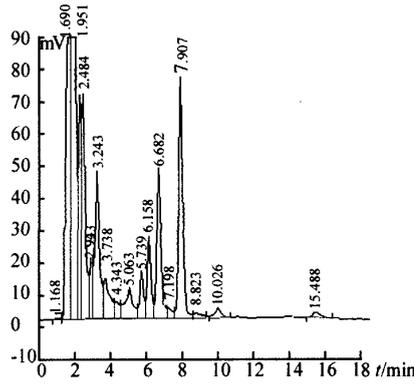


图2 淫羊藿苷供试品 HPLC 图

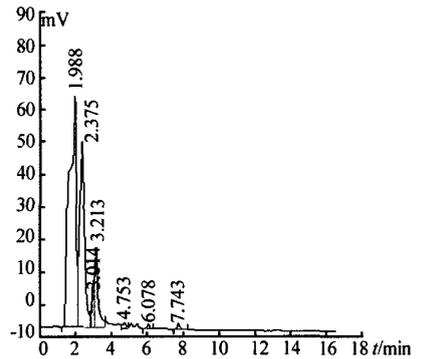


图3 淫羊藿苷阴性对照 HPLC 图

0.202 4mg·mL<sup>-1</sup>的淫羊藿苷对照品溶液，分别进样10μL，按拟定的色谱条件测定峰面积分别为523 185，822 010，1 090 731，1 664 520，2 171 462。以峰面积积分为纵坐标，淫羊藿苷进样量为横坐标绘制标准曲线。计算回归方程： $Y=1\ 087\ 529.5X-11\ 285.2$ ， $r=0.999\ 6$ ，淫羊藿苷在0.506~2.024μg呈良好的线性关系。

### 2.7 精密度试验

取对照品溶液10μL，按上述色谱条件，连续进样5次，测定其峰面积分别为1 120 568，1 160 248，1 140 560，1 144 540，1 150 684，RSD=1.29% ( $n=5$ )，表明仪器精密度良好。

### 2.8 重现性试验

取同一批号样品(批号040901)5份，按供试品溶液制备方法制备供试品溶液，依法测定淫羊藿苷含量，结果分别为3.735，3.655，3.737，

3.822，3.810 mg/粒，RSD=1.80% ( $n=5$ )，结果表明本法的重复性好。

### 2.9 稳定性试验

取同一份供试品溶液，按上述色谱条件，分别在0，2，4，6，8h测定其峰面积，结果依次为937 536，936 546，923 248，914 305，905 281，RSD=1.5% ( $n=5$ )，结果表明供试品溶液至少在8h内稳定。

### 2.10 加样回收率试验

取已知含量的同一批号供试品(批号040902，平均装量0.499 1g/粒，淫羊藿苷含量：4.03mg/粒)5份，每份取样约0.1g，精密称定，分别加入已配制好的淫羊藿苷对照品溶液(0.814 3mg·mL<sup>-1</sup>)1mL，蒸干，按“供试品溶液制备”项下的方法制成供试品溶液并依法测定，计算回收率，平均回收率为99.42%，RSD=1.08% ( $n=5$ )，结果见表1。

表1 淫羊藿苷加样回收率试验结果

编号	取样量/g	样品中含量/mg	加入量/mg	测得值/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	0.100 5	0.811 5	0.814 3	1.617 4	98.97		
2	0.101 2	0.817 2	0.814 3	1.630 8	99.92		
3	0.100 8	0.814 0	0.814 3	1.636 8	101.04	99.42	1.08
4	0.099 9	0.806 7	0.814 3	1.610 8	98.75		
5	0.101 0	0.815 6	0.814 3	1.616 9	98.40		

### 2.11 样品测定

取040901，040902，040903 3批样品，依法制成供试品溶液，分别精密吸取对照品溶液与供试品

溶液各10μL，依上述色谱条件测定，3批样品中淫羊藿苷含量测定结果依次为3.78，4.03，4.05mg/粒。

### 3 小结与讨论

本方法流动相和检测波长的选择引用了《中国药典》2000年版一部淫羊藿药材项下淫羊藿苷的含量测定方法,结果淫羊藿苷与杂质峰分离度良好,峰形对称,经系统适用性试验,均能符合要求,且阴性样品无干扰。

由于淫羊藿苷水溶性强,检测灵敏度高,我们采用70%乙醇超声提取测定淫羊藿苷含量,减少了不必要的操作步骤及误差。此外对提取溶液、提取方法及提取时间进行了系统考察,最后确定了本方中供试品的制备方法。这种方法简便、误差小,使

分析迅速、准确。

实验结果表明,应用HPLC法测定前列舒乐胶囊中淫羊藿苷含量,具有较好的准确度和重复性,且方法简便易行,可作为该制剂的质量控制标准。TCM

### 参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂十二册[S]. 1998:142.
- [2] 中国药典委员会. 中国药典(2000年版一部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000:268.

(收稿日期 2006-01-16)

### HPLC Determination of Icariin in Qianlieshule Capsule

Wang Rui<sup>1</sup>, Zhang Feng<sup>1</sup>, Li Changfu<sup>2</sup>, Zhu Lingling<sup>2</sup>

(1. Henan Province medicine school, Kaifeng Henan 475001, China;

2. Zhongmei Huayi (Hebei) Pharmaceutical Co., Ltd, Langfang Hebei 065201, China)

[Abstract] **Objective:** To Establish method for HPLC determination of Icariin in Qianlieshule capsule. **Methods:** The condition for HPLC was BDS HYPERSIL C<sub>18</sub> column (4.6mm × 25mm, 5μm) with acetonitrile - water (30:70) as the mobile phase. The detection wavelength was 270nm. And the flow rate was 1.0mL·min<sup>-1</sup>. **Results:** The standard curve was liner in the range of 0.506 ~ 2.024μg and the correlation coefficient was 0.999 6 (n = 5), the average returns - ratio 99.4% with RSD = 1.08% (n = 5). **Conclusion:** The method is simple, accurate, and reproducible, can be used for the quality control of Qianlieshule capsule.

[Key words] Qianlieshule capsule; Icariin; HPLC

(上接第13页)

[5] 郭昱,吴梧桐,巫冠中. 鲨肝肽对小鼠免疫性肝损伤的保护作用及免疫调节作用[J]. 中国新药杂志, 2001, 10(1):29.

[6] 郭昱,吴梧桐,樊昌贵. 鲨肝肽对CCl<sub>4</sub>所致大鼠慢性肝损伤的治疗作用[J]. 药物生物技术, 2001, 8(2):86-89.

(收稿日期 2006-01-09)

### The Effect of Jinyuqinggan Capsule on Experimental Liver Injury

Huang Fang<sup>1</sup>, Liu Yun<sup>2</sup>

(1. China Pharmaceutical University, Nanjing Jiangsu 210009, China;

2. Beijing Wansai Biomedical Science Co., Ltd, Beijing 100089, China)

[Abstract] **Objective:** To study the effect of Jinyuqinggan Capsule on experimental liver injury in mice and rats. **Methods:** Taking liver - injured mice model induced by CCl<sub>4</sub> and D - galactamine (D - GalN) as the subject, to observe the related indexes. **Results:** Jinyuqinggan Capsule could suppress the elevation of alanine aminotransferase (ALT), aspartate aminotransferase (AST) in serum of liver injury mice induced by CCl<sub>4</sub> and D - GalN, and decrease the ALT, AST in rat serum and hydroxyproline in hepatic tissue. **Conclusion:** It is suggest that Jinyuqinggan Capsule may have the protection effect on experimental live injury in mice and rats.

[Key Words] Jinyuqinggan Capsule; Experimental liver injury; carbon tetrachloride; D - galactamine.