

仙乐雄胶囊中淫羊藿的质量控制

唐德智*

(广西南宁食品药品检验所, 广西 南宁 530001)

[摘要] 目的: 建立仙乐雄胶囊中淫羊藿的质量控制方法。方法: 采用 Shim-pack VP-ODS C_{18} 反相色谱柱(4.6 mm $\times$ 150 mm, 5 μ m), 以乙腈-水(28: 72)为流动相; 流速为 1.0 mL $\cdot$ min⁻¹; 检测波长 270 nm; 柱温: 30 $^{\circ}$ C。结果: 淫羊藿苷在 0.103~ 1.858 μ g 范围内线性关系良好($r=0.999\ 9$, $n=6$), 平均加样回收率为 98.0%, RSD 为 1.4% ($n=6$)。结论: 本方法操作简便, 结果准确、可靠, 可用于仙乐雄胶囊的质量控制。

[关键词] 仙乐雄胶囊; 淫羊藿苷; 质量控制

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)11-0029-02

仙乐雄胶囊是由淫羊藿、人参、鹿茸、狗鞭、牛鞭、熟地黄等 6 味中药制成的中药制剂, 具有温肾补气、益精助阳的功效。临床用于治疗用于肾阳不足, 精气亏损所致的头昏耳鸣、腰膝酸软、惊悸健忘、阳痿不举等症。现行质量标准中未收载含量测定项目^[1], 不能有效的控制药品质量。淫羊藿为方中君药, 具有补肾阳、强筋骨、祛风湿的功效, 淫羊藿苷是淫羊藿的主要有效成分之一^[2]; 本实验以淫羊藿苷为指标成分, 参考有关文献^[3], 采用 RP-HPLC 法对仙乐雄胶囊中指标性成分淫羊藿苷进行测定, 为该制剂的质量控制提供客观的评价方法。

1 仪器与试剂

LC-2010A HT 高效液相色谱仪(日本岛津公司); KQ-300 型超声波清洗器(江苏昆山市超声仪器有限公司); 淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所, 供含量测定用, 批号: 110737-200312); 仙乐雄胶囊(安徽 A 制药有限公司 规格 每粒装 0.3g 市售药品); 乙腈为色谱纯, 水为超纯水。

2 色谱条件

色谱柱: 日本岛津 Shim-pack VP-ODS C_{18} (4.6mm $\times$ 150 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-水(28: 72); 检测波长: 270 nm; 流速: 1.0 mL $\cdot$ min⁻¹; 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 进样量: 10 μ L。

3 方法与结果

3.1 溶液的制备

3.1.1 供试品溶液的制备 取供试品内容物, 混匀, 研细, 取约 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 20 mL, 称定重量, 超声处理 30 min(功率 300 W, 频率 40 kHz), 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 作为供试品溶液。

3.1.2 阴性对照溶液的制备 按质量标准中的处方比例, 制备缺淫羊藿药材的阴性仙乐雄胶囊制剂, 再按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

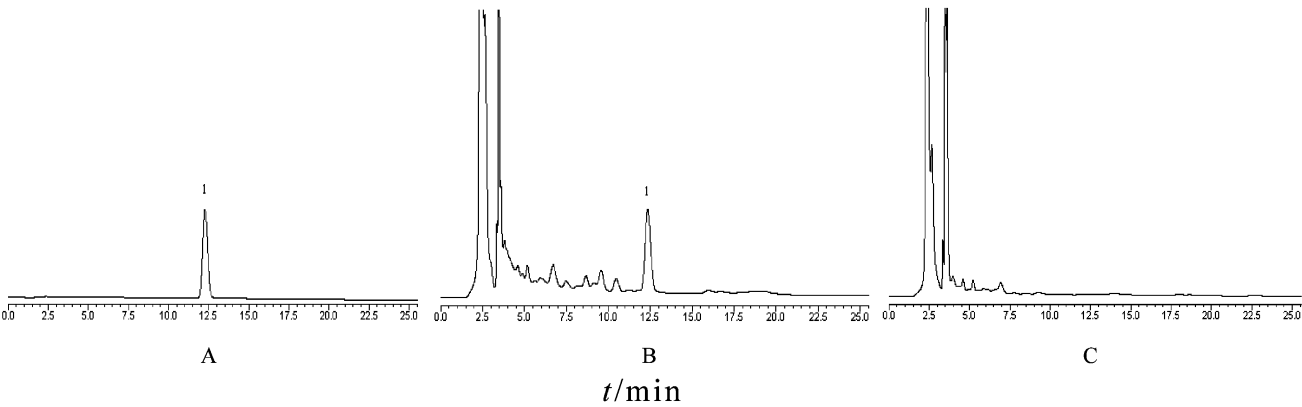
3.1.3 对照品溶液的制备 精密称取淫羊藿苷对照品 10.32 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得 0.206 4 mg $\cdot$ mL⁻¹ 对照品贮备溶液。精密量取 5 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

3.2 系统适用性试验 分别取淫羊藿苷对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μ L, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 记录色谱图。结果阴性样品在淫羊藿苷对照品相同保留时间处无干扰峰出现(见图 1), 表明处方中其他药味对淫羊藿苷的测定无干扰。

3.3 线性关系考察 精密吸取“3.1.3”项下对照品贮备溶液 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。分取上述不同浓度对照品溶液 10 μ L, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 以峰面积积分值(Y)对淫羊藿苷对照品量(μ g)进行线性回归, 回归方程为: $Y=2.44 \times 10^6 X + 3.76 \times 10^3$, $r=0.999\ 9$ ($n=6$)。结果表明, 淫羊藿苷进样量在 0.103~ 1.858 μ g 范围内线性关系良好。

[收稿日期] 2009-04-28

[通讯作者] * 唐德智, Tel: (0771) 3904376; E-mail: tangdz7497@163.com



A. 淫羊藿苷对照品; B. 样品; C. 阴性; 1. 淫羊藿苷

图 1 仙乐雄胶囊 HPLC 图

3.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 mL, 连续进样 6 次, 测定淫羊藿苷峰面积, 结果 RSD 为 0.49%, 表明仪器精密度良好。

3.5 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号 20080318), 按上述色谱条件, 分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10, 14 h 进样, 测定峰面积积分值, 结果 RSD 为 1.4%, 证明在 14 h 内供试品溶液稳定性良好。

3.6 重复性试验 精密称取仙乐雄胶囊(批号: 20080318) 1 g 共 6 份, 按“3.1.1”项方法制备供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 计算淫羊藿苷含量, 样品的平均含量为 0.65 mg/粒, RSD 为 1.2% (n= 6)。

3.7 回收率试验 取已知淫羊藿苷含量(批号: 20080318 淫羊藿苷含量为 0.65 mg/粒)的样品约 0.5 g 共 6 份, 精密称定, 分别精密加入一定量的淫羊藿苷对照品, 按“3.1.1”项下方法制备供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 计算回收率。结果淫羊藿苷平均加样回收率为 98.0%, RSD 为 1.4%, 结果见表 1。

表 1 加样回收率试验(n= 6)

取样量 (g)	相当淫羊藿 苷的量 (mg)	对照品 加入量 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回 收率 (%)	RSD (%)
0.502 4	1.089	1.022	2.091	98.0		
0.499 5	1.082	1.022	2.072	96.9		
0.503 8	1.092	1.022	2.079	96.6	98.0	1.4
0.505 9	1.096	1.022	2.105	98.7		
0.500 5	1.084	1.022	2.109	100.3		
0.496 7	1.076	1.022	2.076	97.8		

3.8 样品测定 取 5 批仙乐雄胶囊, 按“3.1.1”项下方法制备供试品溶液并按上述色谱条件测定, 按外标法计算样品中淫羊藿苷含量, 结果见表 2。

表 2 仙乐雄胶囊的含量测定(n= 3)

批号	含量(mg/粒)	RSD(%)
20060903	0.73	1.2
20070527	0.52	1.1
20070819	0.76	0.9
20080318	0.65	1.2
20081012	0.83	1.4

4 讨论

4.1 本实验采用甲醇为溶媒超声提取, 并对超声处理时间 10, 20, 30 min 结果进行了比较, 结果表明超声处理 30 min 效果最好, 样品中有效成分淫羊藿苷能提取完全。

4.2 实验证明采用高效液相色谱法测定仙乐雄胶囊中淫羊藿苷含量, 方法简便, 快速, 结果准确, 重复性好, 对进一步完善该品种的质量标准提供参考依据。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 国家药品监督管理局国家药品标准(试行)[S]. WS-5764(B-0764)-2002.
[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 229.
[3] 顾利红, 张莹. HPLC 测定护心胶囊中淫羊藿苷的含量[J]. 中成药, 2008, 30(7): 1092-1094.