

反相高效液相色谱法测定青娥丸中 两种有效成分

谭生建 邱 夏* 付秀娟** 闵庆旺

(北京9702信箱国防科工委药品检验所 100101)

青娥丸收载于中国药典1990年版一部,具有补肾强腰功能,临床用于肾虚腰痛、起坐不利、膝软乏力。中国药典主要采用显微鉴别和性状检查做为本药的质量检验方法,没有含量测定。青娥丸中有效成分的含量测定方法,迄今未见报道。本实验建立了青娥丸(水蜜丸)中有效成分补骨脂素和异补骨脂素的反相高效液相色谱测定方法。

1 仪器和试剂

日本岛津公司 LC-6A 液相色谱仪, SPD-6AV 紫外可见分光光度检测器, C-R6A 色谱数据处理机。补骨脂素对照品和异补骨脂素对照品由中国药品生物制品检定所提供。补骨脂由北京市药材公司提供,经本所谭生建副主任药师鉴定为豆科植物补骨脂 (*Psoralea Corylifolia* L) 的干燥成熟果实。青娥丸分别由长春白求恩医科大学附属二院及本所制备。

2 方法和结果

2.1 色谱条件 Shim-Pack CLC-ODS 分析色谱柱 (6mm × 15nm), 北京分析仪器厂 ODS 保护柱, 柱温 35℃, 流动相 甲醇~水 (0.5:0.6), 流速 1.1ml/min, 检测波长 295nm, 量



图1 青娥丸阴性色谱图

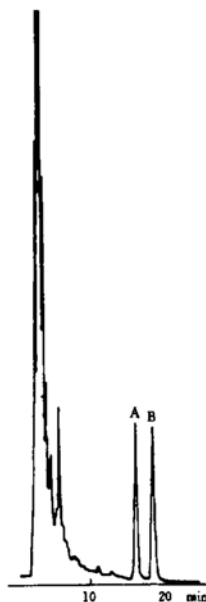


图2 青娥丸 HPLC 色谱图

A 为补骨脂素 B 为异补骨脂素

* 北京科技大学

** 白求恩医科大学附属二院

程0.04AUFS,记录纸速2mm/min。图1~图2是用上述条件绘制的青娥丸阴性样品(去除补骨脂)和青娥丸的色谱图。被测成分的色谱峰均经对照品鉴定。补骨脂素的保留时间约16min、异补骨脂素的保留时间约19min。被测两成分间的分离度是2.4,以补骨脂素峰计算理论板数为8827。

2.2 线性关系 精密称取105℃干燥至恒重的补骨脂素和异补骨脂素适量,用乙醇分别配成浓度为13.56μg/ml~216.96μg/ml和13.60μg/ml和217.60μg/ml的系列浓度溶

液,各浓度进样8μl,记录峰面积。以峰面积为纵坐标,进样量为横坐标在直角坐标纸上绘图,均为直线。补骨脂素回归方程 $Y = 7.660 \times 10^{-7}X + 0.01603$;异补骨脂素回归方程 $Y = 9.050 \times 10^{-7}X + 0.02127$ 。r 均为0.9999。线性范围均为0.11~1.7μg。以基线噪音两倍计算,最低检出量为4ng。

2.3 精密度试验

取浓度分别是54μg/ml和108μg/ml的对照品溶液和样品溶液,分别重复进样S次,求算精密度。结果见表1。

表1 精密度测定结果(n=5)

项 目	对照品	对照品	样品
补骨脂素面积均值	552595.3	1117563.7	606987.0
补骨脂素面积 RSD%	1.6	1.6	1.8
异补骨脂素面积均值	458018.0	939628.0	671870.0
异补骨脂素面积 RSD%	2.2	0.9	2.1

2.4 回收率试验 取青娥丸细粉4份,每份含补骨脂1g,精密称定。其中1份做空白,另3份精密加入补骨脂素和异补骨脂素对照品适量,依样品测定项下方法操作,求算回收率。补骨脂素回收率是101.0%,RSD% 2.0;异补骨脂素回收率是98.6%,RSD% 1.8。

2.5 样品测定 取青娥丸20g,研细,精密称取4.1g(约相当补骨脂1g)置三角瓶中,加乙醇20ml,水浴回流1h,滤入25ml量瓶中,用适量乙醇冲洗沉淀3次,冲洗液滤入同一量瓶中,放冷至室温,加乙醇稀释至刻度,摇匀。取8μl进样,记录色谱峰面积,由回归方程计算

样品含量。结果见表2。

3 讨论

3.1 本法操作简便,样品峰分离彻底,重复性好,选择性高,结果准确可靠。可用于青娥丸中补骨脂素和异补骨脂素的含量测定。

3.2 经提取方法选择试验认为超声提取至90min亦不能充分提出被测成分。水浴回流60min即可充分提取。本法采用水浴加热60min提取。

3.3 补骨脂素和异补骨脂素最大吸收波长在245nm左右^[1],在此波长下测定,干扰峰多,峰分离不彻底。因此选用295nm次吸收波长,在该波长下测定,分离度高且灵敏度也可满足要求。

表2 样品测定结果

来 源	批 号	补骨脂素含量(mg/g)	异补骨脂素含量(mg/g)
白求恩医科大学二院	930626	0.37	0.48
自 制	930721	0.30	0.40
自 制	930722	0.31	0.42

参 考 文 献

[1]国家医药管理局.植物药有效成分手册(第一版).北京:人民卫生出版社,1986:868