

· 化学与分析 ·

## HPLC 测定衍宗育子胶囊中淫羊藿苷含量

刘元<sup>\*</sup>, 宋志钊, 李星宇  
(广西中医药研究院, 南宁 530022)

[摘要] 目的:建立衍宗育子胶囊中淫羊藿苷的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法, Appollo C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 乙腈-水(26:74)为流动相, 检测波长 270 nm, 柱温室温。结果:淫羊藿苷在 0.025 5~0.408 μg, 峰面积与其质量浓度呈良好线性关系( $r=0.999\ 8$ ), 平均回收率为 99.4%, RSD 1.25% ( $n=6$ )。结论:该方法简便、准确、重复性好, 可作为该制剂含量测定方法。

[关键词] 衍宗育子胶囊; 高效液相色谱法; 淫羊藿苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)13-0065-02

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120504.1237.036.html>

[网络出版时间] 2012-05-04 12:37

## Determination of Icaritin in Yanzong Yuzi Capsules by HPLC

LIU Yuan<sup>\*</sup>, SONG Zhi-zhao, LI Xing-yu  
(Guangxi Institute of Chinese Medicine & Pharmaceutical Science, Nanning 530022, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method for detecting icaritin in Yanzong Yuzi capsules. **Method:** An Appollo C<sub>18</sub> column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used. The mobile phase consisted of acetonitrile-water (26:74). The detection wave length was set at 270 nm and the column temperature was at room temperature. **Result:** Icaritin showed a good linear relationship in the range of 0.025 5 to 0.408 μg,  $r=0.999\ 8$ . The recovery and RSD were 99.4% and 1.25% ( $n=6$ ). **Conclusion:** Method was proved to be simple, accurate and repeatable to determine the content of icaritin in Yanzong Yuzi capsules.

[Key words] Yanzong Yuzi capsules; HPLC; icaritin

衍宗育子胶囊是根据广西地方民族经验方,经筛选后进行研制的中药制剂,主要由淫羊藿、肉苁蓉、巴戟天、蛇床子等中药组成,具有补肾壮阳、益气生精之功效,用于肾虚衰引起的男性不育,疗效显著。为了更好地控制其质量,保证临床疗效,本实验采用 HPLC 测定了制剂中淫羊藿苷的含量,为本品质量标准的制订提供了依据。

### 1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, UV-10A 紫外检

测器, 威玛龙色谱工作站。淫羊藿苷对照品(批号 110737-200415), 购于中国药品生物制品检定所。水为高纯水, 乙腈为色谱纯, 其他试剂为分析纯。衍宗育子胶囊由南宁市冠峰制药有限公司提供(批号 100401, 100402, 100403, 100501, 100502, 100503)。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Appollo C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 检测波长 270 nm, 流动相乙腈-水(26:74), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温室温, 理论塔板数按淫羊藿苷峰计算不低于 2 000。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取淫羊藿苷对照品 10.2 mg, 置 100 mL 量瓶中用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成 102 mg·L<sup>-1</sup> 对照品溶液, 备用。精密吸取 1.0 mL, 置 10 mL 量瓶中用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 制成每 1 mL 含 10.2 μg 的溶液, 即得。

[收稿日期] 20111201(012)

[基金项目] 广西区卫生厅自筹经费科研课题(Z2011521)

[通讯作者] \* 刘元, 高级实验师, 从事中药药理学研究与新药开发, Tel: 0771-5869102, E-mail: liuyuan0821@vip.163.com

**2.3 供试品溶液的制备** 取装量差异项下的本品内容物粉末(过 20 目筛)20 粒,混匀,取约 0.5 g,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加甲醇 20 mL,超声处理 30 min(频率 45 kHz,功率 90 W),放冷,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,即得。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 按衍宗育子胶囊处方和方法制备缺淫羊藿的阴性样品,精密称定 0.5 g,按供试品溶液制备方法制备缺淫羊藿阴性样品供试液。

**2.5 标准曲线及线性范围考察** 精密称取淫羊藿苷对照品 10.2 mg,置 100 mL 量瓶中用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成 102 mg·L<sup>-1</sup>对照品溶液,备用。分别精密吸取上述对照品溶液 0.25,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,进样 10 μL,测定。以对照品进样量为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线,得回归方程为  $Y = 2.25 \times 10^6 X + 3.46 \times 10^3$  ( $r = 0.9998$ )。结果表明,淫羊藿苷进样量在 0.0225 ~ 0.408 μg 与峰面积积分值线性关系良好。

**2.6 精密度试验** 分别吸取同一批号(100501)样品,进样 6 次,依次测定。测得供试品 RSD 0.74%。

**2.7 重复性试验** 取同一批号(100501)样品,按供试品溶液制备方法制备 6 份,分别进样,测定。结果淫羊藿苷含量为 0.206 mg/粒,RSD 1.01% ( $n = 6$ )。表明该方法重复性良好。

**2.8 稳定性试验** 取同一供试品溶液分别于 0,4,8,12,16 h 进行测定,结果供试品中淫羊藿苷含量 RSD 0.77%,表明供试品溶液在 16 h 内保持稳定。

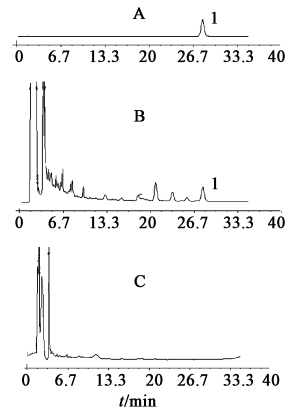
**2.9 加样回收试验** 取已测知含量(批号 100501,0.206 mg/粒,平均粒重 0.4939 g)的供试品 6 份,每份 0.25 g,加入 102 mg·L<sup>-1</sup>淫羊藿苷对照品溶液 1.1 mL。按供试液制备项下方法进行提取,测定,结果淫羊藿苷平均回收率 99.4%,RSD 1.25% ( $n = 6$ ),见表 1。

表 1 淫羊藿苷加样回收试验 ( $n = 6$ )

No.	取样量 /g	样品中含量 /μg	加入量 /μg	测得量 /μg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.2504	104.4	112.2	216.5	99.9	99.4	1.25
2	0.2530	105.5	112.2	216.5	98.9		
3	0.2511	104.7	112.2	218.4	101.3		
4	0.2508	104.6	112.2	214.4	97.9		
5	0.2524	105.3	112.2	215.7	98.4		
6	0.2519	105.1	112.2	217.3	100.0		

**2.10 阴性对照试验** 按供试液的制备及检测方法,测定阴性样品供试液。阴性样品溶液在淫羊藿

苷峰位置无吸收峰出现,即阴性无干扰,进一步说明淫羊藿苷来源于淫羊藿。见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 淫羊藿苷

图 1 衍宗育子胶囊中淫羊藿苷色谱图

**2.11 样品测定** 按供试液的制备及检测方法,分别测定 6 个批号的样品,结果淫羊藿苷含量为 0.244,0.254,0.234,0.208,0.225,0.218 mg/粒。

### 3 讨论

淫羊藿在方中起补肾壮阳作用。现代研究表明淫羊藿及其炮制品均有雌、雄性激素样作用,能明显提高性肌能增加性器官质量,提高性激素分泌量。对离体培养的大鼠睾丸间质细胞淫羊藿苷能明显促进睾酮的基础分泌和 cAMP 的生成,为治疗性机能障碍奠定了内在物质基础<sup>[1]</sup>。淫羊藿对糖皮质激素所致“阳虚症”,对氢化考的松所致“肾虚”模型睾丸酮及雌二醇水平的增加,改善雄性动物性腺的损害<sup>[2]</sup>,有明显的改善作用。因此参考相关文献<sup>[3-5]</sup>,摸索本方中淫羊藿的指标成分淫羊藿苷的含量测定方法,可作为控制本品质量标准的指标之一。从实验结果看,本分析方法精密度高,准确度、重复性较好,并且操作简便、快捷,可有效地控制衍宗育子胶囊的质量。

### [参考文献]

[1] 熊跃斌,周楚华.淫羊藿及菟丝子提取物对雄性生殖功能的影响[J].中国药学杂志,1994,29(2):89.  
[2] 许青媛.淫羊藿对大鼠性腺功能的影响[J].中国药理与临床,1996(2):22.  
[3] 中国药典.一部[S].2010:306.  
[4] 徐文芬,何顺志,黄敏,等.高效液相色谱法测定贵州产淫羊藿药材不同药用部位中淫羊藿苷的含量[J].中国实验方剂学杂志,2007,13(5):1.  
[5] 张彦,金向群,王广树.骨宝听肾片质量标准的研究[J].中国实验方剂学杂志,2009,15(7):14.

[责任编辑 顾雪竹]