

高效液相色谱法测定强骨胶囊中淫羊藿苷的含量

李兆奎^{*}, 王台芳², 王黎¹, 孙彩华³

(1. 浙江省台州市药品检验所, 浙江台州 318000; 2. 浙江省台州医院, 浙江临海 317000;
3. 浙江省中医院, 浙江杭州 310006)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱法测定强骨胶囊中淫羊藿苷的含量。方法: 选用 Agilent C₁₈ 色谱柱(5 μm, 4.6 mm × 250 mm), 以乙腈-1% 乙酸水(30: 70); 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长为 270 nm。结果: 淫羊藿苷线性范围为(0.08~ 0.80) μg, 回归方程 $Y = 1217.8X - 4.7$, $r = 0.9997$, 平均加样回收率 99.2%, RSD = 2.0% (n = 5)。结论: 高效液相色谱法简便、可靠, 结果准确, 可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱; 强骨胶囊; 淫羊藿苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)04-0015-02

强骨胶囊由丹参、补骨脂、淫羊藿等 11 味中药组成, 具有滋补肾阳, 益气养血, 强筋壮骨之功效, 用于各种骨折延迟愈合及股骨头坏死晚期和骨质疏松症。淫羊藿是其中主要药物之一, 淫羊藿苷是淫羊藿中的主要有效成分。笔者采用高效液相色谱法对该制剂中的淫羊藿苷进行含量测定, 为其质量控制提供依据。

1 仪器与试剂

美国 Agilent 公司的高效液相色谱系统及其工作站。乙腈为色谱纯, 乙酸为分析纯; 淫羊藿苷对照品(中检所提供, 含量测定用, 批号 110737-200312): 强骨胶囊由台州市路桥博爱医院提供(批号为 050512、050515、050518), 规格为 0.45 g/粒。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent1100HPLC 高效液相色谱系统; 色谱柱: Agilent C₁₈ 色谱柱(5 μm, 4.6 mm × 250

mm); 检测器: VWD; 流动相: 乙腈-1% 乙酸水(30: 70); 流速为 1.0 mL/min; 柱温: 25 °C; 检测波长 270 nm^[1]; 进样量: 20 μL。

2.2 溶液的制备

供试品溶液: 取胶囊内容物 0.5 g, 精密称定, 置 25 mL 棕色量瓶中, 加 50% 乙醇 20 mL 超声 30 min, 放冷, 加 50% 乙醇至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 滤液作为样品溶液。

2.2.1 阴性对照品溶液 取不含淫羊藿的胶囊内容物 0.5 g, 照上述方法操作, 制成阴性对照品溶液。

2.2.2 对照品溶液 精密称取经 60 °C 减压干燥 4 h 的淫羊藿苷对照品 10.0 mg 置 250 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。再精取 1.0 mL 溶液至 2.5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.3 系统适应性试验 分别取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照样品溶液各 20 μL, 注入高效液相色谱仪。结果表明, 供试品与对照品溶液均在相同保留时间内出现吸收峰, 淫羊藿苷峰保留时间为 10 min, 理论塔板数大于 11 000, 阴性对照样品溶液在淫羊藿苷峰相应位置处无吸收峰。

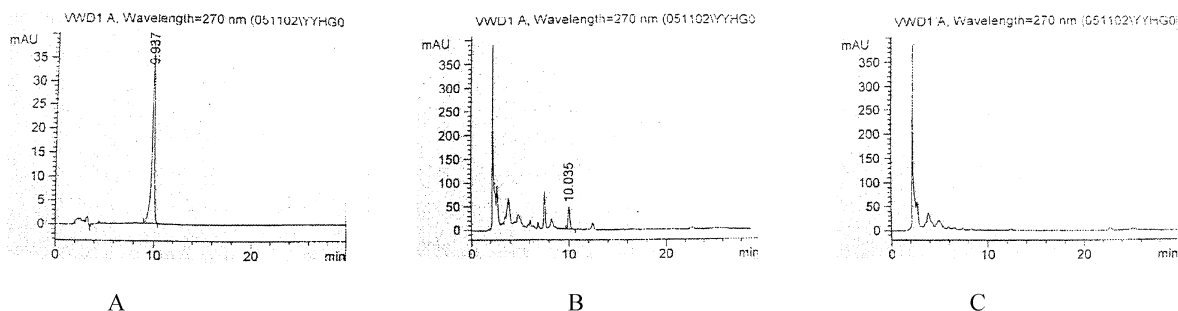


图 1 色谱图

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照

2.4 线性关系考察 精取淫羊藿苷溶液(10.0 mg → 250 mL) 1, 2, 4, 8, 10 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。分别精密吸取上述各溶液 20 μL, 注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 以峰面积 Y 为纵坐标, 进样量 X (μg) 为横坐标进行回归计算, 得回归方程为 $Y = 1217.8X - 4.7$, $r = 0.9997$ 。结果表明淫羊藿苷在(0.08~ 0.80) μg 之间与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 20 μL, 重复进样 5 次, 测定峰面积分别为: 385.0, 389.3, 383.2, 385.6, 384.9。RSD= 0.58%, 表明本方法精密度良好。

2.6 稳定性考察 取批号为 050518 的样品溶液, 分别于 0, 3, 6, 9, 12 h 进样 20 μL, 测定峰面积分别为: 310.0, 308.7, 304.5, 312.8, 303.6。RSD= 1.25%, 表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.7 重复性试验 取批号为 050518 的样品, 按供试品溶液制备方法制备 5 份供试品溶液, 分别进行测定, 结果含量分别为 (mg/g): 0.643, 0.635, 0.659, 0.636, 0.645。RSD= 1.50%, 表明供试品溶液重复性良好。

2.8 加样回收率试验 精密称取已测知含量的样品约 0.4 g, 加入淫羊藿苷对照品适量, 按供试品溶液制备方法制备供试液, 依法测定, 结果见表 1。

2.9 样品的含量测定 采用上述条件, 方法, 测定 3 批样品淫羊藿苷的含量, 结果见表 2。

3 讨论

色谱条件的选择: 参考文献[1]中淫羊藿项下的流动相乙腈-水(30:70)及文献[2]项下的流动相乙腈-水(25:75), 结果淫羊藿苷峰与前后相邻峰分离效果不很理想。

表 1 加样回收率试验结果

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.263	0.24	0.505	100.8		
0.258	0.24	0.492	97.5		
0.249	0.24	0.486	98.8	99.2	2.0
0.266	0.24	0.507	100.4		
0.260	0.24	0.496	98.3		

表 2 样品的含量测定结果 (n=3)

批号	含量(mg/g)	RSD (%)
050512	0.630	1.3
050515	0.609	1.6
050518	0.646	1.0

经实验研究, 以乙腈-1% 乙酸水(30:70) 较为理想。通过方法学考察, 定量分析。结果表明该方法准确、简便, 为有效控制该制剂的质量提供了检测依据。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 229.
- [2] 鲁寅生. HPLC 法测定补肾益寿胶囊中淫羊藿苷的含量[J]. 齐鲁药事, 2004, 23(9): 30-31.