

# 抗骨质增生胶囊质量标准研究

陈 萍<sup>1</sup>, 李卓明<sup>2</sup>, 苏子仁<sup>2\*</sup>

(1. 中山大学生命科学院, 广东 广州 510275; 2. 广州中医药大学, 广东 广州 510405)

[摘要] 目的: 建立抗骨质增生胶囊的质量标准。方法: 采用薄层色谱(TLC)法对抗骨质增生胶囊进行鉴别; 采用高效液相色谱(HPLC)法测定其有效成分的含量。结果: TLC可鉴别出与狗脊相对应的斑点; HPLC法可测定淫羊藿苷的含量。结论: 所建立的质量标准简便可行、重复性好, 可作为抗骨质增生胶囊的质量监控。

[关键词] 抗骨质增生胶囊; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)11-0021-03

## Study on Quality Standard for *Kangguzhi Zengsheng* Capsules

CHEN Ping<sup>1</sup>, LI Zhuo-ming<sup>2</sup>, SU Zi-ren<sup>2\*</sup>

(1. Life Science School of Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, China;

2. Guangzhou University of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510405, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a quality standard for *Kangguzhi Zengsheng* Capsules. **Methods:** *Kangguzhi Zengsheng* Capsules were identified by TLC; and the effective components in *Kangguzhi Zengsheng* Capsules were determined by HPLC. **Results:** The relevant spots in *Rhizoma cibotii* were identified by TLC, the content of *icariin* was determined by HPLC. **Conclusion:** The quality standard is simple, feasible and repeatable to be used as quality supervisory control in *Kangguzhi Zengsheng* Capsules.

[Key words] *Kangguzhi Zengsheng* Capsules; Quality standard; TLC; HPLC

抗骨质增生胶囊是从常用中药复方制剂抗骨质增生丸改剂型而成,由熟地黄、鸡血藤、淫羊藿、骨碎补、狗脊、女贞子、肉苁蓉、牛膝、莱菔子制成,具有补腰肾,强筋骨,活血,利气,止痛的功能,主要用于治疗增生性脊椎炎,颈椎综合症,骨刺等骨质增生症<sup>[1]</sup>。为提高检测手段,更有效地控制产品的内在质量,本文采用薄层色谱(TLC)法鉴别狗脊,高效液相色谱(HPLC)法对淫羊藿苷的含量进行监控,实验取得满意的结果。现报道如下:

## 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** Dionex Summit 高效液相色谱仪(P680 HPLC Pump, ASF-100 Automated Sampled Injector, PDA-100 Photodiode Array Detector, UVD170U, SIH585 Column Oven), Chromeleon 数据处理系统;超声波清洗机(SB-5200, 宁波新芝科器研究所); 实验室专用超纯水机(重庆利迪现代水技术设备有限公司)。

**1.2 材料与试剂** 抗骨质增生胶囊(批号: 20051201 20051202 20051203)由广州中医药大学新药开发研究中心提供;淫羊藿苷对照品(批号: 110737-200312) 狗脊对照药材(批号: 1071-9901)均购自中国药品生物制品检定所;狗脊阴性样品、淫羊藿阴性样品由广州中医药大学新药开发研究中心制备;乙腈为色谱纯(Merck 公司),超纯水,其余试剂均为分析纯。

## 2 狗脊 TLC 鉴别

取本品内容物 2g,加水 20mL,加热回流 30min,滤过,滤液用乙醚提取 2 次,每次 20mL,乙醚液弃去,水液用乙酸乙酯提取 2 次,每次 30mL,合并提取液,蒸干,残渣加甲醇 1mL 使溶解,作为供试品溶液。另取狗脊对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。另取狗脊阴性对照样品 2g,同法制成狗脊阴性对照溶液。照薄层色谱法<sup>[2]</sup> 试验,吸取上述 3 种溶液各 10 $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与狗脊对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,狗脊阴性对照溶液未见上述斑点。

## 3 含量测定

**3.1 色谱条件与系统适用性试验** 色谱柱: Kromasil C<sub>18</sub>(4.6mm  $\times$  250mm, 5 $\mu$ m); 流动相: 乙腈-水(28:72); 流速: 1.0mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>; 检测波长: 270nm; 柱温: 25 $^{\circ}$ C; 进样量: 10 $\mu$ L。在该色谱条件下,淫羊藿苷

可达基线分离,其它成分对测定无干扰,理论塔板数不低于 2000,色谱图见图 1。

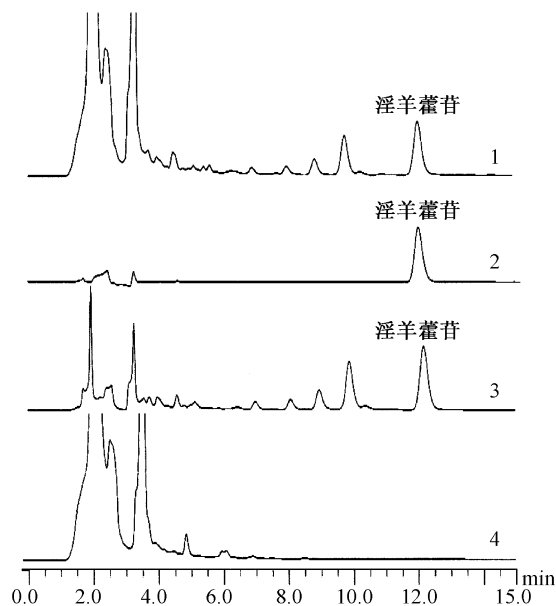


图 1 抗骨质增生胶囊的 HPLC 图谱

1. 抗骨质增生胶囊样品 2. 淫羊藿苷对照品  
3. 淫羊藿药材 4. 淫羊藿阴性样品

**3.2 对照品溶液的制备** 精密称取淫羊藿苷对照品 6.55mg,置 10mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 2mL,置 10mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每 1mL 中含淫羊藿苷 0.131mg)。

**3.3 供试品溶液的制备** 取装量差异项下的本品内容物,研细混匀,取约 1g,精密称定,精密加入稀乙醇 25mL,密塞,称定重量,超声处理 1h,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过。取续滤液过 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜,滤过,即得。

**3.4 线性范围的考察** 分别精密吸取对照品溶液 0.131mg/mL 1, 2, 4, 8, 10, 12, 16, 20 $\mu$ L,按上述色谱条件测定峰面积,以进样量(X,  $\mu$ g)对峰面积(Y, A)进行线性回归,得标准曲线。结果显示,进样量在 0.131~ 2.620 $\mu$ g 范围线性关系良好,回归方程为  $Y = 1\ 689.6X$ ,相关系数  $r = 0.999\ 9$ 。

**3.5 精密度试验** 精密吸取同一对照品溶液 10 $\mu$ L,重复进样 6 次,测得峰面积积分平均值为 2248.306, RSD 为 0.18%,表明仪器精密度高,测定可靠。

**3.6 稳定性试验** 取同一供试品溶液 10 $\mu$ L,分别在 0, 1, 2, 6, 12, 24h 各测定 1 次,测得峰面积积分值 RSD 为 0.72%,表明样品中淫羊藿苷在 24h 内稳定。

**3.7 重复性试验** 按照拟定的含量测定方法,对同 1 批样品(批号: 20051201)制备供试品溶液,平行操

作 6 份, 结果测得淫羊藿苷平均含量为  $3.12\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ , RSD 为 1.96%, 表明本测定方法具有较好的重复性。

**3.8 回收率试验** 精密称取已知含量的同 1 批样品(20051201) 0.5g, 分别精密加入一定量的淫羊藿苷对照品, 按供试品溶液制备项下操作, 按色谱条件测定峰面积积分值, 测定含量, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 淫羊藿苷回收率测定结果

序 号	样品重 (g)	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 $\bar{x} \pm s$ (%)	RSD (%)
1	0.503 4	1.57	1.31	2.92	102.85		
2	0.501 6	1.56	1.31	2.85	97.93		
3	0.502 0	1.57	1.31	2.86	99.13		
4	0.505 9	1.58	1.64	3.19	98.48		
5	0.504 4	1.57	1.64	3.18	98.12	$99.61 \pm 1.73$	1.74
6	0.500 1	1.56	1.64	3.17	98.42		
7	0.505 6	1.58	1.97	3.53	99.49		
8	0.500 2	1.56	1.97	3.56	101.88		
9	0.502 3	1.57	1.97	3.53	100.14		

**3.9 样品测定** 取装量差异项下的本品内容物, 按供试品制备方法制备供试品溶液, 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu\text{L}$ , 按上述色谱条件测定峰面积积分值, 计算含量, 结果见表 2。

## 4 讨论与结论

**4.1** 本品处方由多味中药组成, 组分复杂, 影响鉴别的干扰因素较多。考察狗脊的薄层鉴别条件时, 曾进行以下试验: (1) 根据中国药典<sup>[2]</sup>, 采用原儿茶醛作为检测对象, 硅胶 G 板, 三氯甲烷-乙酸乙酯-甲苯-甲酸(5: 6: 3: 1) 展开, 喷 5% 三氯化铁乙醇溶液显色, 105 $^{\circ}\text{C}$  加热至斑点清晰, 结果由于方中鸡血藤同含原儿茶醛而使阴性有干扰; (2) 根据文献资料<sup>[3]</sup>,

表 2 供试品含量测定结果( $\bar{x} \pm s, n=3$ )

批号	$\bar{x} \pm s(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$
20041201	$3.20 \pm 0.01$
20041202	$3.10 \pm 0.00$
20041203	$3.17 \pm 0.01$
20041204	$3.21 \pm 0.00$
20050101	$3.12 \pm 0.02$
20050102	$3.14 \pm 0.00$
20050103	$3.14 \pm 0.01$
20050201	$3.11 \pm 0.00$
20050202	$3.10 \pm 0.00$
20050203	$3.07 \pm 0.02$

硅胶 G 板, 甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5: 2: 0.1) 为展开剂, 在 365nm 紫外光下检视, 荧光斑点模糊, 拖尾现象严重。笔者优化了上述第二种色谱条件, 调整展开剂配比为甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5: 2: 1), 结果分离效果好, 斑点清晰, 阴性无干扰。

**4.2** 本试验高效液相色谱方法操作简单, 线性关系好, 精密度高, 重现性强, 可作为用于抗骨质增生胶囊中淫羊藿苷的含量测定方法。

## [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[S]. 第一册, 86.
- [2] 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. 附录 31, 155.
- [3] 陈丰连, 钟镜金, 曾元儿, 等. 复方阿胶补血合剂质量标准的研究[J]. 中药新药和临床药理, 2001, 7(4): 293-295.