

30 批市售淫羊藿的质量分析

史万忠*, 徐德生, 刘力, 刘瑾
(上海中医药大学附属曙光医院, 上海 200021)

[摘要] 目的: 比较 30 批次市售淫羊藿中淫羊藿苷的含量, 分析评价其质量状况, 为相关质量标准的制定提供参考。方法: 采用 HPLC 法, 样品用甲醇超声提取 60min, 在 C₁₈ 柱上以乙腈-水 (26: 74) 为流动相, 在波长 270nm 处紫外检测。结果: 15 批药材的平均含量为 4.83 ± 4.03, 15 批饮片的平均含量为 4.59 ± 2.72, 淫羊藿中淫羊藿苷含量在 2.5~5.0mg·g⁻¹ (即 0.25%~0.50%) 之间的药材或饮片占 53.3%。结论: 中药新药研发过程中制定药材和制剂的质量标准时, 既需要考虑药物的药效, 也需要考虑到质量标准适应大生产的实际情况, 建议在研发初期掌握市售药材的质量情况并选用适当质量标准的药材, 然后再进行相关的药效学和药学的研究。

[关键词] 淫羊藿; 质量分析; 淫羊藿苷; 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)07-0006-02

淫羊藿是一味常用的补肾阳药^[1], 在临床上常以单味药或复方配伍形式被应用。本文通过对不同产地或批次的淫羊藿中淫羊藿苷的含量波动情况分析, 为淫羊藿药材和复方制剂的相关质量标准制定提供参考。

1 材料与仪器

HP1100 高效液相色谱仪, CQX25-06 超声波发生器 (上海必能信超声有限公司, 80W), 淫羊藿饮片和原药材购于正规的药材销售公司或医院药房, 淫羊藿苷对照品 (0737-9910) 由中国药品生物制品检定所提供, 乙腈为色谱纯, 水为双蒸水。

2 方法^[1]

2.1 色谱分析条件 色谱柱: Novapak C₁₈ (3.9mm × 150mm, 5μ); 流动相: 乙腈-水 (26: 74); 流速 0.7mL·min⁻¹; 检测波长 270nm; 数据处理定量方法为外标峰面积测定法。

2.2 样品液制备 取淫羊藿药材, 粉碎成细粉 (过 40 目筛), 精密称取约 0.12g, 置 50mL 锥形瓶中, 精密加入甲醇 25mL, 称定重量, 超声处理 60min, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得供试品液。

2.3 方法学考察 精密称取淫羊藿苷标准品适量, 加甲醇溶解至刻度, 摇匀, 制成 0.156mg·mL⁻¹ 和 0.0156mg·mL⁻¹ 对照品溶液, 按照上述的分析条件, 制备标准曲线, 求得回归方程为: $Y = 2638.9X + 39.954$, $r = 0.9997$, 线性范围为 0.039~1.56μg; 精密密度 RSD = 0.81% ($n = 5$); 加样回收率试验结果得平均回收率为 101.27%, RSD = 3.12% ($n = 6$)。

2.4 市售淫羊藿样品的含量测定 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液, 依上述色谱条件测定药材样品, 样品进样 5μL。

3 结果和讨论

不同批次或产地的淫羊藿饮片和原药材中淫羊藿苷的含量测定结果分别见表 1、表 2。

表 1 15 批淫羊藿饮片中淫羊藿苷的含量

产地或购买地	批号	含量(mg·g ⁻¹)
上海 [△]	2001101	13.41
上海 [△]	30526	4.79
上海 [△]	2003051501	4.30
上海 [△]	—	3.67
安徽	DH2002122201	3.67
安徽	DH03010212	4.91
安徽	—	1.34
安徽金寨	30429	3.04
安徽衢州	—	5.32
吉林	—	3.42
吉林	—	2.59
辽宁	30506	4.11
辽宁	30602	3.07
陕西	YT2002121207	6.12
四川	HY2003042602	5.09

注: “△”表示购买地; “—”表示批号未知

[收稿日期] 2005-08-30

[基金项目] 上海市教委资助项目 (NO: 03CK14)

[通讯作者] 史万忠, Tel: (010) 53821650-722; E-mail: shwzh@hotmail.com

表 2 15 批淫羊藿原药材中淫羊藿苷的含量

产地或购买地	批号	含量(mg·g ⁻¹)
杭州 [△]	—	3.43
杭州 [△]	—	7.35
安徽	—	2.99
东北	—	11.00
东北	—	5.32
东北	—	2.72
东北	—	3.14
广西	—	13.47
贵州	—	0.18
湖北	—	0.00
吉林	S2003031902	2.63
陕西陇西	—	7.09
陕西	S2002092602	3.89
四川	—	0.10
甘肃天水	S2002110701	9.07

注：“△”表示购买地；“-”表示批号未知

由上表可知,淫羊藿中淫羊藿苷的含量差异较大,即使是相同产地的药材,其含量也有一定的差异,个别批次的淫羊藿药材中未检测出淫羊藿苷。其中 15 批药材的平均含量为 4.83 ± 4.03 , 15 批饮片的平均含量为 4.59 ± 2.72 , 从平均值看,药材中的淫羊藿苷含量略高于饮片,且不同批次或产地饮片的含量差异 $SD=2.72$ 略小于不同批次或产地药材的含量差异 $SD=4.03$, 15 种药材中有 9 种药材的含量低于药典标准。

按照上海市药材炮制规范,淫羊藿药材经净制、切制而成饮片,其中未经炮制过程,所以药材和饮片含量相差不大。故将 30 个不同批次或产地的淫羊藿饮片和药材中淫羊藿苷的含量综合考虑,进行

频数分布分析,结果见表 3。

由表 3 可知,淫羊藿中淫羊藿苷含量在 2.5~5.0mg/g (即 0.25%~0.50%) 之间的药材或饮片占 53.3%, 是主要的分布区间,加上 0~2.5mg/g 区间的 13.3%, 则有 66.7% 的药材未达到 2005 版药典标准^[1], 含量超过 10mg/g 的仅占 6.7%。

表 3 30 批淫羊藿中淫羊藿苷含量的频数分布

含量组段(mg/g)	频数	频率(%)	累计频数	累计频率(%)
0	4	13.3	4	13.3
2.5	16	53.3	20	66.7
5.0	6	20.0	26	86.7
7.5	1	3.3	27	90.0
10.0	1	3.3	28	93.3
12.5	2	6.7	30	100.0

从 30 批药材和饮片的含量测定结果提示,如果采用 $>5.0\text{mg/g}$ 的药典标准制定淫羊藿原药材和制剂的质量标准,则大生产时,从 3 批的药材中能选出 1 批合格的药材;如果采用 $>10\text{mg/g}$ 的药材标准,则需要从 15 批淫羊藿药材中才能选出 1 批合格的药材。显然,药材的质量标准制定不合理,将给后续大生产中的药材选购带来极大的困难。

笔者建议在研发初期掌握市售药材的质量情况并选用适当质量标准的药材,然后再进行相关的药效学和药学的研究。

[参考文献]

- [1] 高学敏. 中药学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2002. 518.
- [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. 229.