

高效液相色谱法测定驻春胶囊中淫羊藿苷含量

杜天信, 杜志谦, 夏华玲, 冯 坤

(河南省洛阳正骨医院正骨研究所, 河南 洛阳 471002)

摘要: 目的: 建立驻春胶囊中淫羊藿苷的含量测定方法。方法: 采用 Zorbox zlipse XDB 色谱柱(250mm × 4.6mm, 5 μ m), 流动相为乙腈-水(31:69), 流速 0.3mL/min, 检测波长: 270nm。结果: 淫羊藿苷在 0.29~4.64 μ g 范围内线性关系良好, $r=0.9996$ 。回收率为 103.2%, RSD=1.24% ($n=5$)。结论: 本法操作简便、准确, 可作为驻春胶囊的质量控制方法之一。

关键词: 驻春胶囊; 淫羊藿苷; HPLC; 含量测定

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)01-0011-02

驻春胶囊是治疗骨质疏松症的中药制剂, 由淫羊藿、蛇床子、补骨脂、丹参、延胡索、枸杞子、香附等 10 味中药组成, 具有补肝益肾、健脾坚骨的功能。用于骨质疏松引起的腰背腿痛、酸沉无力, 骨质退化引起的退行性关节炎。药理学研究表明该药物有提高实验大鼠皮质骨的抗冲击能力, 改善松质骨的抗挤压能力, 对实验性骨质疏松大鼠有积极的防治作用^[1]。淫羊藿是君药, 淫羊藿苷是防治骨质疏松的主要有效成分之一^[2], 因此选择淫羊藿中淫羊藿苷作为含量测定指标, 建立了含量测定方法, 为控制质

量提供了依据。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 型高效液相色谱仪, H54AR 分析天平, TP-500 型超声波清洗机。淫羊藿苷对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 0737-200011), 驻春胶囊(本院制备)。甲醇、乙腈为色谱纯(北京化学试剂厂), 水为重蒸馏水, 其它试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Zorbox Zlipse XDB(4.6mm × 150mm, 5 μ m), 流动相: 乙腈-水(31:69), 流速: 0.30mL/min, 检测波长: 270nm, 柱温: 室温。此条件下淫羊藿苷与其它组分达到基线分离。流动相的选择, 试验中还曾以文献报道的流动相进行对比试验,

收稿日期: 2004-04-21

通讯作者: 杜天信, Tel: (0379) 3551906, E-mail: lydtx@263.net

结果表明,乙腈-水(85:15)分离效果好,分离度值大。理论塔板数按淫羊藿苷峰计不低于 2000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取淫羊藿苷对照品 5.8mg,置 25mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,作为对照品溶液,浓度为 0.232mg/mL。

2.3 供试品溶液制备 取本品内容物研细,混匀,称取 1g,精密称定,加 25mL 稀乙醇超声提取 60min,补足失去重量,滤过,取续滤液为供试品溶液。同法制成缺淫羊藿的阴性对照溶液。

2.4 专属性试验 照上述色谱条件,吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液各 10 μL,分别注入液相色谱仪。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,有相同保留时间的色谱峰,而阴性对照色谱在此保留时间无干扰。

2.5 标准曲线的制备 取对照品溶液,用甲醇稀释成 0.029、0.0387、0.058、0.116mg/mL 的溶液,精密吸取上述对照品溶液 10μL 和 0.232mg/mL 对照品溶液 10、20μL,注入液相色谱仪,测定峰面积。以淫羊藿苷色谱峰峰面积(Y)为纵坐标,进样量(X)为横坐标,绘制标准曲线并进行线性回归,得回归方程 $Y = 2430.6X + 786.7, r = 0.9996$ 。结果表明淫羊藿苷在 0.29~4.64μg 范围内与其色谱峰峰面积呈线性关系。

2.6 精密度试验 精密吸取 0.058mg/mL 的对照品溶液 10μL,连续进样 8 次,测得峰面积平均值为 2120.65, RSD= 0.75%

2.7 稳定性试验 取供试品溶液,在 0.1、0.2、0.4、0.6、1.2、2.4h 分别进样 10μL,测定淫羊藿峰面积值,峰面积平均值为 1887.42, RSD= 1.26%,表明供试品溶液较稳定。

2.8 重复性试验 取同一批供试样品,按样品测定项下方法,连续测定 5 次,得淫羊藿苷平均含量为 1.30mg/g, RSD= 3.09%。表明样品的重复性良好。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品,分别定量加入 0.232mg/mL 对照品溶液,照供试品溶液制备方法制备和样品测定项下的方法进行测定,

结果见表 1。平均回收率= 103.2%, RSD= 1.24%。

表 1 加样回收率实验结果

编号	样品量 (g)	加样量 (mg)	样品含量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	0.7484	0.464	0.973	1.443	101.3
2	0.6619	0.696	0.860	1.583	103.9
3	0.6353	0.696	0.826	1.553	104.4
4	0.4423	0.812	0.575	1.409	102.7
5	0.3488	0.928	0.453	1.416	103.8

2.10 样品测定结果 精密称取 3 批样品,制成供试品溶液,分别吸取供试品溶液、对照品溶液各 10μL,注入液相色谱仪,依法测定,计算淫羊藿苷含量,结果见表 2。

表 2 三批样品淫羊藿苷测定结果(n=3)

样品批号	含量(mg/g)	RSD(%)
20020812	1.31	0.24
20020908	1.27	0.49
20021023	1.34	0.87

3 讨论

本文采用高效液相色谱法,测定驻春胶囊中淫羊藿苷含量,流动相系统中,流速过大,淫羊藿苷的峰形明显拖尾。对提取方法、精密度、稳定性、重复性、回收率进行考察,均符合制剂质量标准要求,方法可行,可作为控制质量的指标之一。由于淫羊藿的品种、产地、采收加工不同,淫羊藿苷含量差异较大,因此在制剂生产中注意原料的来源,达到含量标准方可投料。

参考文献:

- [1] 王健智,古建立,冯坤,等.驻春胶囊对实验性骨质疏松大鼠骨骼影响的生物力学研究[J].中医正骨,2000,12(12):14.
- [2] 李青南,廖进民,吴铁,等.淫羊藿预防羟基脲致雄大鼠骨质疏松的定量研究[J].中国中医骨伤科杂志,1996,4(3):1.