

# HPLC 法测定前列康舒胶囊中淫羊藿苷的含量

张大军, 王兆华, 赵玉兰, 徐国经

(吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

**摘要:** 目的: 应用高效液相色谱法测定前列康舒胶囊中淫羊藿苷的含量。方法: 采用 Diamonsil-C<sub>18</sub> 柱(5 $\mu$ m, 150 $\times$ 4.6mm), 乙腈-水(30:70)为流动相, 检测波长 270nm。结果: 线性范围为 0.496~2.480 $\mu$ g,  $r=0.9997$ , 回收率为 97.20%,  $RSD=1.88%$ 。结论: 该方法用于测定前列康舒胶囊中淫羊藿苷的含量简便、准确、灵敏, 可用于该制剂的质量控制。

**关键词:** 高效液相色谱法; 淫羊藿苷; 前列康舒胶囊

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)06-0010-02

## Determination of Icarin in Qianliekangshu Capsule by HPLC

ZHANG Da-jun, WANG Zhao-hua, ZHAO Yu-lan, XU Guo-jing

(Academy of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica of Jilin Province, Changchun 130021, China)

**Abstract:** Objective: To determine the content of Icarin in Qianliekangshu Capsule by high performance liquid chromatography. Methods: The determination was conducted by HPLC using a Diamonsil-C<sub>18</sub> column(5 $\mu$ m, 4.6mm $\times$ 150mm) and a mobile phase of Acetonitrile-water (30:70). The detection wavelength was 270nm. Results: Good linear relationship between area and amount was noted for 0.496~2.480 $\mu$ g of Icarin, with a correlation coefficient of 0.9997. The average recovery of Icarin was 97.20%,  $RSD$  was 1.88%. Conclusion: The established method is simple, accurate, sensitive and can be applied to the quality control of the preparation.

**Key words:** HPLC; Icarin; Qianliekangshu Capsule

前列康舒胶囊是由土茯苓、淫羊藿、虎杖、莪术等7味中药组成。具有清热利湿, 活血祛瘀功能。临床用于治疗慢性前列腺炎康复期, 取得满意疗效。方中淫羊藿为主要药物, 我们选择淫羊藿中淫羊藿苷作为含量测定成分, 已报导测定方法有薄层扫描法<sup>[1]</sup>和高效液相色谱法<sup>[2]</sup>。本文采用了高效液相色谱法对制剂中淫羊藿苷进行含量测定, 以便更好地控制其产品质量。

## 1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪; SPD-10A 紫外检测器; KQ-250 型超声波处理器; 淫羊藿苷对照品(购于中国药品生物制品检定所, 批号: 0781-9404, HPLC 面积归一化法, 测定含量为 99.6%); 前列康舒胶囊(0.3g/粒)由长春银诺克药业有限公司提供; 其它化学试剂均为国产, AR 级。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件**<sup>[3]</sup> 色谱柱: Diamonsil-C<sub>18</sub> 柱(5 $\mu$ m, 4.6mm $\times$ 150mm), 流动相为乙腈-水(30:70), 流速:

1ml/min, 紫外检测波长: 270nm, 理论塔板数按淫羊藿苷计算, 不低于 1500; 柱温为室温。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取淫羊藿苷对照品 9.92mg, 加甲醇溶解并转移至 100ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 浓度为 0.0992mg/ml 的溶液, 作为对照品溶液。

**2.3 供试品溶液的制备** 取样品内容物约 0.3g, 精密称定, 置 50ml 锥形瓶中, 精密加甲醇 20ml, 称定重量, 超声处理 30min, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 $\mu$ m)滤过, 取续滤液, 作为供试品溶液。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 按处方量制备不含淫羊藿药材的阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 10 $\mu$ l, 注入液相色谱仪中, 按上述条件测定, 结果表明, 阴性对照溶液色谱图中与对照品位置处无干扰, 此法可行(见图 1)。

**2.5 线性关系考察** 精密吸取淫羊藿苷对照品溶液 5、10、15、20、25 $\mu$ l, 分别注入高效液相色谱仪中进行分析, 以对照品进样量( $\mu$ g)为横坐标, 以对照品的

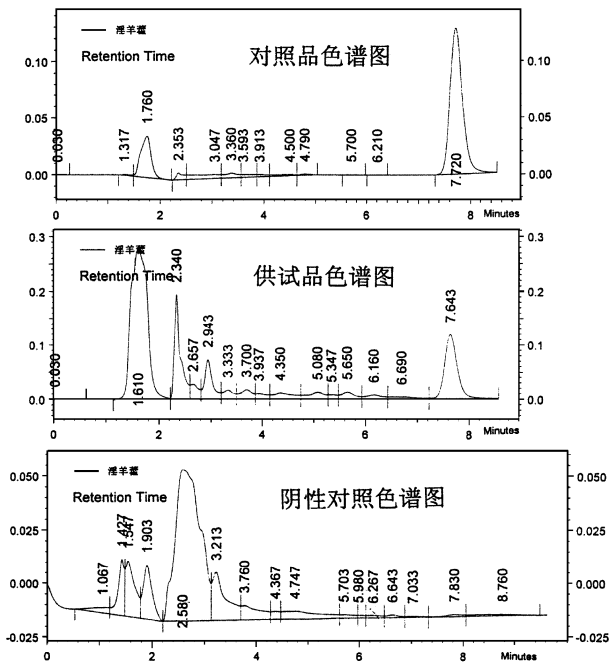


图 1

峰面积为纵坐标作图,得一条通过原点的直线,回归方程为:  $Y = 2170218.145X + 39061.600$ ,  $r = 0.9997$ ,结果表明淫羊藿苷在  $0.496 \sim 2.480 \mu\text{g}$  间呈良好的线性关系。

**2.6 精密度试验** 精密吸取供试品溶液连续 5 次重复进样,测得相对偏差  $RSD = 1.53\%$ 。

**2.7 稳定性试验** 精密吸取供试品的溶液在 0.2、4.8h,分别进样,进行测定。结果淫羊藿苷峰面积的  $RSD = 1.61\%$ ,表明在 8h 内供试品溶液的淫羊藿苷含量稳定。

**2.8 重现性试验** 精密称取同一批号样品 5 份,按供试品溶液的制备方法制备,依法进行分析,样品中淫羊藿苷含量的  $RSD = 2.32\%$ ,结果表明其重现性良好。

**2.9 加样回收率试验** 精密称取淫羊藿苷对照品适量,加入已测淫羊藿苷含量的前列康舒胶囊样品(取约 0.6g,精密称定)中,置具塞锥形瓶中,精密加甲醇 60ml,按供试品溶液的制备方法制备,进样,测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验测定结果

No	样品中淫羊藿苷含量(mg)	对照品加入量(mg)	实测值(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	2.37	2.17	4.46	96.31		
2	2.28	2.25	4.48	97.78		
3	2.02	2.37	4.39	100.00	97.20	1.88
4	2.25	2.48	4.65	96.77		
5	2.42	2.06	4.38	95.15		

**2.10 样品的含量测定** 按上述方法,制备供试品溶液,测定三批前列康舒胶囊中淫羊藿苷的含量,结果见表 2。

表 2 前列康舒胶囊中淫羊藿苷含量测定结果

批号	淫羊藿苷含量(mg/粒)	
20020501	1.1347	1.1399
20020510	1.1146	1.1194
20020515	1.1164	1.1148

### 3 讨论

根据淫羊藿苷的溶解性,分别以甲醇、50%乙醇为提取溶媒进行试验,结果表明无论是以甲醇还是以 50%乙醇提取,制备供试品溶液,均能使淫羊藿苷提取完全,但以甲醇为溶媒制备的溶液中杂质峰较少,基线平稳,故选择以甲醇为溶媒制备供试品溶液。

有关淫羊藿苷的 HPLC 含量测定方法较多,流动相有采用四氢呋喃、乙腈、甲醇、水、冰醋酸等系统<sup>[2]</sup>。我们以实验摸索,采用乙腈、水系统,色谱分离效果较为满意,分离度及峰形对称性较好。

#### 参考文献:

- [1] 王隶书,宁功学.康泰口服液中淫羊藿苷的含量测定[J].长白山中医药研究与开发,1993,2(2):26.
- [2] 杨柳,邓远辉.HPLC法测定补肾益骨膏中淫羊藿苷的含量[J].中国实验方剂学杂志,1999,5(2):8.
- [3] 国家药典委员会编.中华人民共和国药典[S].一部.北京:化学工业出版社,2000.267.