

HPLC 法测定复方三芪明目胶囊中淫羊藿苷的含量

陈金利 杨詹詹 刘刚 梅之南 (中南民族大学药学院 武汉 430074)

摘要 目的: 建立复方三芪明目胶囊中淫羊藿苷的含量测定方法,为该制剂的质量控制提供依据。**方法:** 利用高效液相色谱法,色谱柱:Ultimate AQ C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μm),流动相:乙腈-水(30:70),流速:1.0 ml·min⁻¹,检测波长:270 nm,柱温:25℃,进样量:10 μl。**结果:** 淫羊藿苷浓度在25~250 μg·ml⁻¹范围内与峰面积呈良好的线性关系($r=0.9999$),平均回收率为99.37%,RSD为1.29%。**结论:** 该方法快速、简便、准确,可用于该复方制剂的质量控制。

关键词 复方三芪明目胶囊;淫羊藿苷;质量控制;高效液相色谱法

中图分类号:R927.2 **文献标识码:**A **文章编号:**1008-049X(2011)03-0383-02

Determination of Icarin in Compound Sanqi Mingmu Capsules by HPLC

Chen Jinli, Yang Zhanzhan, Liu Gang, Mei Zhinan (School of Pharmacy, South-central University for Nationalities, Wuhan 430074, China)

ABSTRACT Objective: To establish an HPLC method for determination of icaritin in compound Sanqi Mingmu capsules for the quality control. **Method:** Ultimate AQ - C₁₈ column (250 mm×4.6 mm,5 μm) was used with a mobile phase consisted of acetonitrile-water (30:70) at a flow rate of 1.0 ml·min⁻¹, and UV detector wavelength was 270 nm. The column temperature was 25℃, and the sample volume was 10μl. **Result:** The calibration curve of icaritin was linear within the range of 25-250μg·ml⁻¹($r=0.9999$), and the average recovery was 99.37% with RSD of 1.29% ($n=6$). **Conclusion:** The method is accurate, simple and reliable, and can be applied to control the quality of the preparation effectively.

KEY WORDS Compound Sanqi Mingmu capsules; Icaritin; Quality control; HPLC

复方三芪明目胶囊是由已获医院制剂批准文号(粤药制字 Z03020658)的益气明目口服液改剂型而来,其处方来源于临床经验方。该复方由三七、黄芪、淫羊藿、丹参、黄精等八味中药组成,主要用于治疗老年性黄斑变性、视网膜色素变性、糖尿病视网膜病变、视神经病变、白内障等疾病。复方三芪明目胶囊为中药复方制剂,本文采用高效液相色谱法测定复方中淫羊藿苷的含量,用于有效控制该制剂质量,结果较为满意。

1 仪器与试药

高效液相色谱仪 Agilent-1100 型; Chemstation Rev. A. 10.02 色谱工作站,美国 Agilent 公司;淫羊藿苷对照品(批号 110737-200415,供含量测定用,中国药品生物制品检定所);复方三芪明目胶囊(中南民族大学药学院提供,批号 20100107,20100317,20100320);乙腈为色谱纯,水为重蒸馏

水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1]

色谱柱:Ultimate AQ-C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈-水(30:70);检测波长:270 nm;流速:1.0 ml·min⁻¹;柱温:25℃;进样量:10 μl。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液 精密称定淫羊藿苷对照品 12.5 mg,置于 25 ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,制成 0.5 mg·ml⁻¹淫羊藿苷的储备液。精密量取储备液 1 ml 置 5 ml 量瓶中,加甲醇定容至刻度,得 0.1 mg·ml⁻¹的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 取本品胶囊 10 粒,,取其内容物,研细,取约 0.8 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇 20 ml,密塞,称定重量,超声处理 1 h,放冷,再称定重量,用

基金项目:武汉市科技攻关项目(编号:200960323117)

通讯作者:梅之南 Tel:13018073962 E-mail:meizhinan@163.com

内标物的测定,故才用外标法对其进行了测定。

参 考 文 献

- 1 中国药典[S]. 2010年版.一部. 343
- 2 高剑锋,徐方玉. 酸枣仁皂苷的研究综述[J]. 中国药师,2008,11(11):1376-1378
- 3 袁昌鲁,王中博,焦莹,等. 酸枣仁中黄酮类镇静催眠有效成分的研究[J]. 中药通报,1987,12(9):34
- 4 Wang LE, Bai YJ, Shi XR, et al. Spinosin, a C-glycoside flavonoid from semen of Zizhiphi Spinozae, potentiated pentobarbital-induced

sleep via the serotonergic system [J]. *Pharmacol Biochem Behav*, 2008,90(3):399-403

- 5 Shin KH, Lee CK, Woo WS, et al. Sedative action of spinosin [J]. *Arch Pharm Res*, 1978,1(1):7-11
- 6 谢媛媛,王慧,许志林,等. 天王补心丹中棘苷的定性、定量分析方法研究[J]. 中国药学杂志,2009,44(11):874-876
- 7 李玉娟,李萍,李会军,等. 酸枣仁汤不同配伍情况下棘苷的 RP-HPLC 测定[J]. 药物分析杂志,2002,22(3):208-210
- 8 李玉娟,毕开顺. RP-HPLC 法测定酸枣仁汤中棘苷和阿魏酸的含量[J]. 中草药,2004,35(7):754-756

(2010-09-27 收稿 2010-12-23 修回)

稀乙醇补足减失的重量,摇匀,用0.45 μm 微孔滤膜过滤,作为供试品溶液。

2.2.3 阴性对照品溶液 按复方三芪明目胶囊处方组成,取不含淫羊藿的其他各味药材,按照复方三芪明目胶囊制备工艺制成阴性样品,取约0.8 g,精密称定,按“2.2.2”项下方法操作,制得阴性对照品溶液。

2.3 干扰试验

分别取上述对照品溶液、供试品溶液及阴性对照品溶液,在上述色谱条件下测得色谱图(见图1),在与对照品色谱峰相同保留时间处,供试品溶液出现对照品色谱峰,而阴性对照品溶液在此处无该色谱峰,表明阴性对照品无干扰。

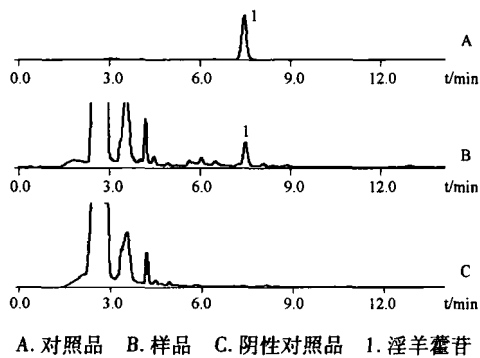


图1 HPLC 色谱图

2.4 线性关系考察

分别精密吸取淫羊藿苷对照品储备液0.5, 1, 2, 3, 5 ml置于10 ml量瓶中,分别加甲醇稀释至刻度,混匀后,分别进样10 μl,记录色谱图。以峰面积为纵坐标Y,对照品进样浓度为横坐标X,作线性回归,回归方程为 $Y = 31\ 253X - 213$, $r = 0.999\ 9$ 。结果表明,淫羊藿苷进样浓度在25 ~ 250 μg·ml⁻¹之间呈现良好的线性关系。

2.5 精密度试验

取中间浓度对照品溶液10 μl,重复进样6次,记录淫羊藿苷峰面积,结果淫羊藿苷峰面积 $RSD = 0.73\%$ ($n = 6$)。

2.6 重复性试验

取同一批号(20100107)供试品,按“2.2.2”项下方法制备6份供试液,分别进样,测定峰面积,计算淫羊藿苷的平均含量为0.605 6 mg·g⁻¹,其 RSD 为0.46% ($n = 6$)。

2.7 稳定性试验

取同一供试品溶液,分别在0, 2, 4, 6, 8 h按上述色谱条件试验,记录淫羊藿苷峰面积积分值,结果 $RSD = 1.23\%$,表明供试品溶液在8 h内基本稳定。

2.8 加样回收率试验

精密称取已测定含量的样品(批号:20100107,含量:0.605 6 mg·g⁻¹),共取6份,每份约0.4 g,分别精密加入淫羊藿苷对照品储备溶液0.5 ml,按照“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,进样,按“2.1”项下色谱条件测定,测定淫羊藿苷含量并计算回收率,结果平均回收率为99.37%, RSD 为1.29% ($n = 6$)。

2.9 样品的含量测定

取3批复方三芪明目胶囊样品,按上述供试品溶液的制备方法制备,并按上述色谱条件测定淫羊藿苷的含量,结果见表1。

3 讨论

参照相关文献^[2-5]报道的色谱条件,比较流动相乙腈-

表1 淫羊藿苷含量测定结果($n = 3$)

批号	淫羊藿苷含量(mg/粒)
20100107	0.218
20100317	0.212
20100320	0.225

水20:80,30:70,27:73的分离效果,结果以30:70的分离效果、重复性最好,且阴性样品无干扰。在供试品预处理过程中,分别采用95%、70%乙醇和50%乙醇为提取溶剂对样品进行处理,结果以50%乙醇提取更加完全,重复性好,故选择50%乙醇为提取溶剂。另外对提取时间30, 60和90 min进行了考察,结果表明选择提取时间为60 min时可提取完全,与长时间提取结果相差很小。

本高效液相色谱法测定复方三芪明目胶囊中淫羊藿苷的含量操作简便、快速,成本低廉,且结果准确、可靠,可用于其质量控制。

参 考 文 献

- 1 中国药典[S]. 2010年版. 一部. 306-307
- 2 康东周,姜艳玲,张善玉,等. 高效液相色谱法测定健脑安神片中淫羊藿苷的含量[J]. 时珍国医国药,2005,16(10):995-996
- 3 叶光明,姜云云,陈云红,等. 用HPLC法同时测定骨疏康颗粒中淫羊藿苷和柚皮苷的含量[J]. 药学服务与研究,2010,10(1):18-20
- 4 孙娥,贾晓斌,金晓勇,等. 淫羊藿饮片中5种主要黄酮类成分的比较[J]. 中国医院药学杂志,2010,30(06):449-552
- 5 朱山寅,薛磊冰. HPLC法测定益肾灵颗粒中淫羊藿苷的含量[J]. 中国中医药科技,2007,14(2):108-109

(2010-09-13 收稿 2010-12-14 修回)

欢迎订阅 2011 年《中国生化药物杂志》

《中国生化药物杂志》是全国中文核心期刊,中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)。双月刊,双月20日出版,国内外公开发售,每期84页,定价15.00元,全年90.00元。国内邮发代号:28-233,国外发行代号:BM-4561。欢迎广大读者积极到当地邮局订阅,如错过邮局订阅时间,可随时与编辑部联系邮购。地址:南京市浦口区浦东北路9号(邮编:210031),电话:025-58588537,传真:025-58588536, E-mail: shyw1976@hotmail.com, shyw@jlonline.com。http://shyw.chinajournal.net.cn。