

命宝口服液中淫羊藿甙含量的 HPLC 法测定

广西进出口商品检验局 (南宁 530022) 刘晓松* 袁爱萍 韦文荣 李丽华

摘要 采用反相高效液相色谱法测定命宝口服液中淫羊藿甙的含量,样品处理以低温冷冻离心后再以氯仿除去杂质、正丁醇萃取为关键,在 C_{18} 柱上用甲醇-水溶液(60:40)为流动相,在 254 nm 波长处测定。方法简便,其它组分对测定无干扰,重现性好,平均回收率 95.6%,RSD 为 1.95%。样品中淫羊藿甙的平均含量为 0.537 mg/mL。

关键词 反相 HPLC 命宝口服液 淫羊藿甙。

命宝口服液是由人参、黄芪、淫羊藿等多味中药经提取加工后制成的保健药品,具有补肾壮阳、益气养血的功效,主要用于男子肾虚所致各种疾病的辅助治疗。但在产品的质量中尚无单体成分的含量测定。采用反相高效液相色谱,用外标峰面积法测定该制剂中有效成分淫羊藿甙的含量,结果表明,方法具有简便、分离重现性好、灵敏度高等优点。

1 实验材料

1.1 仪器:美国 Waters 高效液相色谱仪,配有 Model 510 泵,梯度控制器,Model 440 检测器,TCS 温度控制系统,U6K 进样器,MILLIPORE 溶剂过滤系统。日本岛津 C-3A 数据处理机,LD5-2A 离心机(北京医用离心机厂)。

1.2 试剂:淫羊藿甙标准品,中国药品生物制品检定所提供,批号为 0737-9508。命宝口服液由广西荔浦制药厂提供。试剂均为分析纯,水为超净水。

1.3 色谱条件:Nova-pak C_{18} 色谱柱(3.9 mm×150 mm),流动相:甲醇-水(60:40),流速 0.7 mL/min,柱温 40℃,检测波长 254 nm,灵敏度 0.05 AUFS,进样量 10 μ L,淫羊藿甙保留时间 3.83 min,数据处理为外标峰面积法。

此条件下淫羊藿甙与相邻的峰已达到基

线分离,色谱图见图 1。

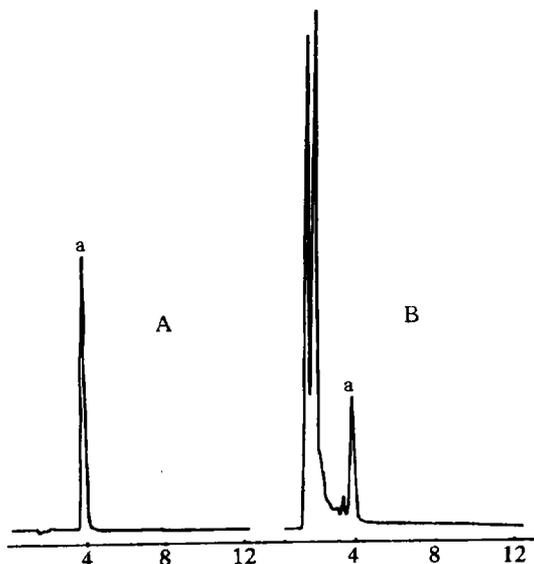


图 1 样品 HPLC 图

A-淫羊藿甙标准品 B-样品 C-淫羊藿甙

2 标准曲线的制备

2.1 标准溶液配制:精密称取在 105℃、干燥至恒重的淫羊藿甙标准品 2.56 mg,置 25 mL 量瓶中,加甲醇-水(60:40)溶解并稀释至刻度,摇匀,即得浓度为 0.1024 mg/mL 的标准溶液。精密吸取上述溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL,分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇-水(60:40)稀释至刻度,摇匀,即得标准使用液系列。

2.2 标准曲线的制备:在上述色谱条件下,分别进标准使用液系列 10 μ L 进行分析。测

* Address: Liu Xiaosong, Guangxi Import & Export Commodity Inspection Bureau, Nanning

刘晓松 男,1986年中国药科大学药学系本科毕业,理学学士学位,工程师。主要从事药物、食品的科研和检测,发表过“广西绞股蓝皂甙的药理作用研究”等学术论文。现在广西进出口商品检验局从事出口中成药产品和食品的理化分析工作。

得各次峰面积,计算淫羊藿甙浓度与峰面积在 10~50 $\mu\text{g/mL}$ 范围内的线性关系,得回归方程: $C(\mu\text{g/mL}) = 0.3164 + 6.1833 \times 10^{-5}A$,相关系数 $r=0.9999$ 。

2.3 精密度试验:连续测定淫羊藿甙标准溶液 10 μL ,5 次,RSD 为 1.9%。

3 淫羊藿甙含量的测定

3.1 样品溶液的制备:取样品适量,低温冷藏后离心(400 r/min \times 10 min)。精密吸取上清液 1 mL,加水 15 mL 稀释后,用氯仿洗涤 3 次,每次 15 mL。弃去氯仿层,加入水饱和正丁醇萃取 3 次,每次 15 mL,合并正丁醇,置水浴上蒸干,残渣用甲醇-水(60:40)溶解,并定容于 25 mL 量瓶中,0.45 μm 滤膜过滤。取其续滤液即为样品溶液。

3.2 样品的测定:精密吸取 10 μL 样品溶液,在上述色谱条件下进行分析,测定淫羊藿甙的峰面积,用外标峰面积法计算淫羊藿甙的含量。每批测 3 份,3 批样品的测定结果见表 1。

表 1 样品中淫羊藿甙的含量(mg/mL)

批号	1	2	3	平均值
A	341165	347317	338954	
淫羊藿甙含量(mg/mL)	0.535	0.545	0.532	0.537

3.3 加样回收率试验:精密吸取淫羊藿甙标

准溶液和经低温离心后的已知浓度样品溶液,加于同一分液漏斗中,按样品处理项下操作,HPLC 条件测定,测得淫羊藿甙峰面积,计算加样回收率,结果 95.6%,RSD = 1.95%($n=6$)。

4 讨论

目前,淫羊藿甙的定量分析方法有紫外分光光度法^[1]、二阶导数光谱法^[2]、薄层扫描法^[3]和高效液相色谱法^[4,5],由于该口服液属于大复方制剂,成分复杂,又含有大量的糖和蛋白质,有些成分与淫羊藿甙的性质极为相似,限制了文献方法的应用;已报道的 HPLC 法存在着前处理繁杂、萃取时不易分层等缺点;笔者曾根据文献报道法进行实验,结果在加入醋酸萃取时振摇后即产生严重的乳化现象。而通过采用低温冷藏后离心,再以氯仿洗涤除去杂质,并改用正丁醇为萃取剂,可以较好地解决上述问题。

参考文献

- 1 徐世明,等.中成药研究,1985,(2):16
- 2 卢印英,等.中国中药杂志,1992,17(11):670
- 3 周件贵,等.中成药,1991,13(9):14
- 4 柴逸峰,等.药物分析杂志,1991,11(3):207
- 5 张滨菊,等.中医药学报,1996,(2):51

(1997-08-13 收稿)

芝牌乙肝宁颗粒剂(冲剂)有奖征文揭晓

长沙九芝堂(集团)有限公司与湖南省中医药研究院共同研究开发的芝牌乙肝宁颗粒剂(冲剂)具有调气健脾,利胆清热,活血化痰的效果,被卫生部确定为治疗慢性乙型肝炎的首选药,并被引入《全国医院用基本中成药目录》。颗粒剂服用方便,深受医生及患者的赞许。为了进一步更科学地检验乙肝宁的临床效果,长沙九芝堂(集团)有限公司和《中草药》杂志联合举办了芝牌乙肝宁颗粒剂(冲剂)的有奖征文活动,半年来共收到论文 40 余篇,经过以天津市传染病医院张迈畴主任医师为首的专家评审组的严格评选,以下 9 篇论文被评为优秀论文:

- 张小平.乙肝宁颗粒剂治疗慢性乙型肝炎疗效观察;
- 李 嘉,卢诚霖.不同剂量乙肝宁颗粒剂治疗慢性乙型肝炎 80 例疗效观察;
- 陈丽艳,曹铁公,等.乙肝宁颗粒剂治疗慢性肝炎 54 例疗效观察;
- 王津生,刘宏元,等.乙肝宁颗粒剂治疗慢性乙型肝炎的疗效观察;
- 徐立断.乙肝宁冲剂治疗慢性乙型肝炎及 T 细胞亚群变化;
- 丁晶莉,曹铁公,等.乙肝宁冲剂对慢性肝炎的治疗作用;
- 陈 评.乙肝宁冲剂治疗慢性乙型肝炎的分析;
- 吴志敏,吴 巧,等.乙肝宁颗粒(冲剂)治疗慢性乙型肝炎的疗效观察;
- 杨基友.乙肝宁颗粒剂治疗慢性肝炎 68 例疗效分析。

以上 9 篇论文与乙肝宁药效学、毒理学基础研究资料已汇编成册,并将陆续在 1998 年内《中草药》杂志上刊出。