

高效液相色谱法测定益髓胶囊中淫羊藿甙含量

河北医科大学中医学院(石家庄 050091) 牛丽颖 王鑫国 陈卫民* 李彭涛 白霞 房家毅

益髓胶囊是根据祖国医学理论研制的中药复方制剂,主治老年性骨质疏松症等。为了保证药品质量,选择其中主要成分淫羊藿甙作为质控指标^[1],采用高效液相色谱法测定了淫羊藿甙的含量。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂:LC-6A 液相色谱仪,SPD-6AV UV-VIS 分光光度检测器,CR-3A 数据处理仪。

乙腈为色谱纯一级(山东禹王实业总公司化学试剂厂);磷酸盐、三乙胺为国产分析纯;淫羊藿甙标准品(中国药品生物制品检定所);水为二次蒸馏水。

1.2 样品处理:取干燥至恒重的本品 0.2 g,精密称定,加无水乙醇 20 mL,回流 1 h,连续 2 次,过滤,合并滤液,定容 50 mL,精确稀释 5 倍后作为供试液。

1.3 标准液的配制:精确称取淫羊藿甙标准品 29.2 mg,用乙醇溶解于 25 mL 量瓶中定容,备用。

1.4 色谱条件:检测波长:根据淫羊藿甙在 270 nm 波长处有最大吸收,故选择 270 nm 为检测波长。

色谱柱:大连依利特公司装(spherisorb C₁₈柱,200 mm×4.6 mm i. d. 5 μm)。流动相:乙腈-0.1 mol/L 磷酸缓冲液(pH=2.95,8%三乙胺)=30:70,流速 1.0 mL/min,柱温:35 C。

2 试验方法与结果

2.1 分离条件的选择:若采用甲醇和水的二元流动相体系^[2],样品中各成分不能很好分离,淫羊藿甙的峰无法确定,改用乙腈和磷酸盐缓冲液的二元流动相体系,分离效果明显改善,但色谱峰形仍宽,且有拖尾,在此流动相中加入适量的三乙胺,使游离氨基与色谱柱 ODS 键合相中的残余硅醇基相互作用,以掩蔽组分分子与键合相 ODS 键合的作用,从而提高了柱效,使峰形得到改善。因此,选择在酸性条件下,加入少量三乙胺并与乙腈以一定比例混合,经反复试验,三乙胺比例在 3%~8%,对结果影响不大。

2.2 色谱行为:色谱图见图 1-A,图 1-B。

2.3 线性关系:精确吸收标准储备液 2、4、8、12、16 和 20 μL 进样,测定峰面积,并以峰面积(A)对样品量(X)进行线性回归分析,在 0.884~23.36 mg/mL 间呈线性关系。得回归方程: $A=7.162 \times 10^4 + 3.458$

$\times 10^7 X$,相关系数 $r=0.9992$ 。

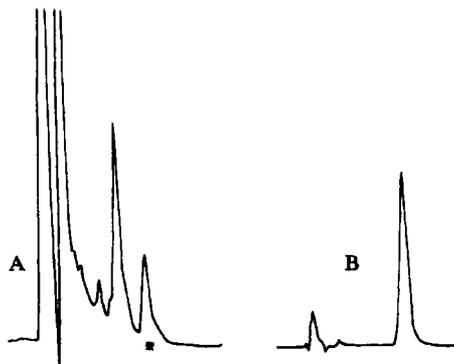


图 1 样品色谱图

A-样品 *为淫羊藿甙 B-淫羊藿甙标准品

2.4 精密性及重现性实验:取同一样品,重复进样 6 次,测得相对标准偏差为 3.77%。取同一批号样品,精密称取 5 份,依法测定,结果,RSD 为 1.06%。

2.5 回收率测定:精密取干燥至恒重的样品 3 份,分别加入 1.02、1.04、1.05 mg 的淫羊藿甙标准品,下同供试品溶液的制备方法。在上述色谱条件下,测得了其平均回收率为 98.38%,RSD 为 1.08%。

2.6 样品测定:取 3 批样品,精密称定,依前法制备供试液,进样,计算其中淫羊藿甙含量,见表 1。

表 1 样品测定结果

编号	1	2	3
平均含量(mg/g)	2.32	2.42	2.42
RSD 平均值(%)	1.06	1.07	1.06

3 讨论

试验表明:淫羊藿甙在 0.884~23.36 mg/mL 范围内与峰面积之间线性关系较好,并经过重现性试验和回收率试验,证明此方法可靠,适合益髓胶囊中淫羊藿甙的定量分析

参考文献

- 1 王宝琴主编.中成药质量标准与标准物质研究.北京:中国医药科技出版社,1994.535
- 2 张晓平,等.中草药,1990,21(2):15

(1997-01-08 收稿)

* 河北师范大学实验中心