

表 1 左金丸中小檗碱 HPLC与药典法测定结果 (n= 3)

Table 1 Content berberine in Zuojin Pill by HPLC and Ch P's method (n= 3)

厂家 (批号)	小檗碱含量 / (mg · g <sup>-1</sup> )	
	药典法 (盐酸小檗碱计)	HPLC法
A (021203)	77.8	40.8
A (030103)	77.4	41.4
A (030604)	78.3	41.7
B (021002)	72.1	35.9
B (030301)	70.0	31.2
C (020301)	81.0	45.8
C (030102)	84.0	47.2
D (030212)	64.0	27.9

较低,以甲醇-盐酸 (100: 1)为溶剂盐酸小檗碱色谱峰与其他干扰组分色谱峰的分离效果不好,以水-盐酸 (100: 1)为溶剂效果最佳。而超声提取时间从 20 min到 120min差异无显著,故选择 20 min为供试品提取时间。

3.3 不同厂家的左金丸,采用 HPLC法测定盐酸小檗碱的含量结果差异较大,A、C厂家在 40 mg/g 以上,B厂家在 30~ 40 mg/g,D厂家低于 30 mg/g

3.4 本方法与药典法比较专属性好,简便、准确、重复性好,确定合适的限度范围后,可作为左金丸的定量方法。

## HPLC法测定益尔力口服液中淫羊藿苷的含量

涂 禾,张世明,郑 梳,闵本初\*

(国家体育总局成都运动创伤研究所,四川 成都 610041)

益尔力口服液为著名运动医学专家郑怀贤教授经验方经过系统的药物研究后制成的运动补剂。具有益气、补肝肾、强筋骨、畅血脉等功效,可用于改善人体机能,提高运动能力,消除运动性疲劳。益尔力口服液以人参、黄芪、淫羊藿、三七、丹参、宁夏枸杞、红毛五加、佛手等 10味药材为原料提取制得。为控制其质量,本实验采用 HPLC法测定其中淫羊藿苷的含量。

### 1 仪器与试剂

Waters HPLC仪,680自动控制器,484可见-紫外发光检测仪,745B数据处理机。

淫羊藿苷对照品由中国药品生物制品检定所提供,水为高纯水,其他试剂均为分析纯。益尔力口服液由国家体育总局成都运动创伤研究所提供。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Symmetry C<sub>18</sub> (3.9 mm×150 mm, 5 μm); 预柱: Mbondpak™ C<sub>18</sub> Gurd-pak™; 流动相: 乙腈-甲醇-0.1 mol/L磷酸二氢钠溶液 (6: 50: 50); 流速: 0.6 mL/min; 柱温: 30℃; 检测波长: 270 nm

2.2 供试品溶液的制备: 精密量取益尔力口服液 50.0 mL,水浴浓缩至 10 mL,加甲醇 50 mL沉淀杂质。高速离心 (10 000 r/min) 5 min,用 0.45 μm微孔滤膜滤过,滤液浓缩至 10 mL。再加甲醇 50 mL

沉淀杂质,高速离心 (10 000 r/min) 5 min,用 0.45 μm微孔滤膜滤过,用甲醇定容至 100.0 mL,即得。

2.3 空白溶液的制备: 按处方组成,除去淫羊藿后的其余药味按处方比例和工艺制成口服液,按照供试品溶液的制备方法制备缺淫羊藿的空白溶液。

2.4 系统适应性考察: 在上述色谱条件下,淫羊藿苷保留时间约 6.8 min。理论塔板数按淫羊藿苷计不低于 1 200。空白溶液对测定无干扰。

2.5 线性关系考察: 精密量取淫羊藿对照品适量,配制 5.15, 10.30, 20.60, 41.20, 82.40 μg/mL淫羊藿苷对照品溶液,按上述方法测定峰面积。以淫羊藿苷浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标进行回归,得方程:  $A = 5 \times 10^5 + 5 \times 10^6 C$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明: 淫羊藿苷在 0.05~ 0.82 μg与峰面积成良好的线性关系。

2.6 重现性试验: 按拟定的方法测定同一批供试品 (批号 990119) 6份,结果淫羊藿苷峰面积 RSD为 1.02%。

2.7 稳定性试验: 取同批样品按供试品溶液的制备方法操作,每间隔 6 h测定淫羊藿苷的峰面积,结果其 RSD为 0.98% (n= 3)。

2.8 回收率试验: 采用加样回收法。取已知含量 (含淫羊藿苷 6.75 μg)的供试品 5份,分别准确加入不同量的淫羊藿苷对照品溶液,按拟定方法测定,计算

\* 收稿日期: 2003-02-11

淫羊藿苷的回收率。结果平均回收率为 100.56%, RSD为 0.30% ( $n=5$ )。

2.9 样品测定:分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 $\mu$ L。按照上述色谱条件测定淫羊藿苷的含量,结果见表 1。

表 1 益尔力口服液中淫羊藿苷含量测定结果 ( $n=2$ )

Table 1 Content of icariin in Yierli Oral Solution ( $n=2$ )

批号	淫羊藿苷 / (mg $\cdot$ mL $^{-1}$ )	批号	淫羊藿苷 / (mg $\cdot$ mL $^{-1}$ )
990119	1.34	000221	0.57
990120	1.41	000223	0.52
990121	1.30	000225	0.58
991021	1.28	000227	0.54
000217	0.54	000219	0.54

### 3 讨论

3.1 检测波长的选择:取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇溶解并稀释成 30 $\mu$ g/mL 的溶液,于 200~450 nm 波长扫描,在 206, 224, (269 $\pm$ 1) nm 波长处有最大吸收,在 270 nm 处的 E 最大。以 270 nm 作为检测波长,进行高效液相色谱分析时,其他组分对淫

羊藿苷的测定无干扰,故确定 270 nm 为检测波长。

3.2 流动相的选择:曾试用甲醇-水、甲醇-0.1 mol/L 磷酸二氢钠溶液、甲醇-0.4% 磷酸溶液、水-甲醇-0.1 mol/L 磷酸二氢钠溶液不同比例流动相,结果以乙腈-甲醇-0.1 mol/L 磷酸二氢钠溶液 (6:55:50) 为流动相效果最好。

3.3 益尔力口服液组份较多,为减少其他组份的干扰,预处理样品曾试用大孔树脂法、正丁醇提取法和甲醇沉淀法。经比较,甲醇既能溶解淫羊藿苷,又能将脂肪、蛋白质、糖等成分沉淀,并可除去大部分杂质,其操作简单,既保护了色谱柱,又可得到较好的色谱图,故采用甲醇沉淀法。

3.4 测定 10 批药材样品中淫羊藿苷的含量,结合药材中淫羊藿苷的含量受产地、采收季节、贮存情况等影响,样品中的淫羊藿苷含量为 0.20%~3.0%,差异较大,规定益尔力口服液中淫羊藿苷不得低于 0.40 mg/mL。

(上接第 966 页)

现代药理学研究方法发现中药复方有效物质,在防治疾病慢性化中将具有重要的理论和实际意义,也将具有十分广阔的临床应用前景。

### 7 结语

综上所述,中药复方物质基础研究已从传统的思路和方法中走出,开始利用多种新兴方法和技术,将中药复方多组份、多靶点、多途径的作用特点与基因、蛋白表达关联起来进行超高通量筛选,将有可能为临床提供目标更加特异、治疗效果更佳、副作用更少的新型药物。高质量的研究将有赖于中西医、医学与药学、临床与基础等多学科之间的跨学科协作。通过这些研究,不仅可以丰富现代医学对疾病发病机制中整体与局部之间关系的认识,而且将进一步深化对传统中医辨证治疗理论的理解,进一步使中医药学理论的丰富内涵在实践中宏扬光大。

### References

- [1] Tao D L, Huang B G, Xu Y Z, et al. The interaction of different fractions from Shengmaisan [J]. *Prog Nat Sci* (自然科学进展), 2002, 12(5): 473-478.
- [2] Jin F, Sun X Y. The study of ratio of compatibleness for Dangguibuxue Decoction [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 1995, 1(1): 33-37.
- [3] Zhang Q H, Chen K J. The assessment of application for serum pharmacology in Chinese herbs and prescription [J]. *Chin J Integrated Tradit Chin West Med* (中国中西医结合杂志), 1996, 16(3): 131-133.
- [4] Liu J L. Studies of chemical constituents and active extracts in Chinese prescription [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1992, 14(10): 49-50.
- [5] Yu Y G. The cubical structure of Chinese herbs theory and herbal learning system [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1989, 14(9): 48-50.
- [6] Luo G A, Wang Y M. The study of methodology and theory for the active extract of Chinese prescription [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1997, 19(8): 44-45.
- [7] Wang J R, Ma C Y, Yan Y Q, et al. Chemical changes of compatibility of white peony root and licorice [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 2000, 11(2): 102-103.
- [8] Xiao H B, Liang X M, Lu P Z, et al. New analysis methodology and application for Chinese prescription [J]. *Chin Sci Bull* (科学通报), 1999, 44(6): 588-596.
- [9] Ceng L Y, Ceng Y S. The pharmacology study and development clue on Chinese prescription [J]. *Chin J Inf Tradit Chin Med* (中国中医药信息杂志), 1997, 4(6): 10-11.
- [10] Wang H Y, Li J Z, Pan J S, et al. The effect of *Astragalus* and *Angelica* on nephritic syndrome and its mechanisms of action [J]. *J Peking Univ Health Sci* (北京大学学报·医学版), 2002, 34(5): 542-552.