

高效液相色谱法测定白玉补肾胶囊中淫羊藿苷的含量

沈丽娟,孙玉滨,唐秋竹

(吉林省药品检验所,吉林 长春 130062)

中图分类号 R284.1 R927.2

文献标识码 A

文章编号 1006-4931(2004)10-0040-01

摘要 目的 采用高效液相色谱法(HPLC法)对白玉补肾胶囊中淫羊藿苷进行含量测定。方法 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱(5 μm, 4.6 mm × 250 mm),流动相为乙腈-水(30:70),流速为 1.0 mL/min,柱温为 40℃,检测波长为 270 nm。结果 淫羊藿苷的进样量在 0.098 76~0.230 44 μg 范围内与峰面积呈良好的线性关系($r=0.999\ 4$),精密度的 RSD 为 0.39%,平均加样回收率为 95.7%,RSD 为 0.23%。结论 HPLC 法简便易行、结果可靠,可有效地用于白玉补肾胶囊的质量控制。

关键词 白玉补肾胶囊 高效液相色谱法 淫羊藿苷

白玉补肾胶囊由 9 味中药组成,淫羊藿为方中君药,主要含黄酮类化合物和淫羊藿苷,测定方法较多。笔者采用高效液相色谱法(HPLC 法)对白玉补肾胶囊中淫羊藿苷进行含量测定,方法简便易行,重现性好,结果准确,可用于白玉补肾胶囊的质量控制。

1 仪器、药品与试剂

仪器 LC-10AT 高效液相色谱仪(日本岛津),CLASS-LC10 色谱工作站;淫羊藿苷对照品(含量测定用,批号为 737-200011,中国药品生物制品检定所);白玉补肾胶囊、淫羊藿药材及淫羊藿阴性对照样品(吉林省柳河辉发制药股份有限公司);乙腈(色谱纯,美国 Fisher Scientific 公司)其余试剂均为分析纯,水为超纯水或重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(5 μm, 4.6 mm × 250 mm) 流动相: 乙腈-水(30:70) 流速: 1.0 mL/min 柱温: 40℃ 检测波长: 270 nm;理论板数按淫羊藿苷峰计应不得低于 3 000。

2.2 溶液的制备

精密称取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 16 μg 的溶液,作为对照品溶液。取装量差异项下的内容物,研细,精密称取 0.5 g,置具塞锥形瓶中,加乙醚 50 mL,超声处理 10 min,滤过,滤渣挥干溶剂,与滤纸一同放入锥形瓶中,精密加入 50% 乙醇 50 mL,密塞,称定重量,超声处理 30 min,放冷,再称定重量,用 50% 乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.3 阴性干扰试验

取缺淫羊藿的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照液。精密吸取阴性对照液、对照品溶液与供试品溶液各 10 μL,分别注入液相色谱仪,测定,即得液相色谱图,见图 1。供试品溶液与对照品溶液在相应保留时间处有相同的色谱峰,而阴性对照在此无干扰。

2.4 线性关系考察

精密称取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 16.46 μg 的溶液,分别精密吸取 6, 8, 10, 12, 14 μL,进样,按上述色谱条件测定峰面积。以进样量为横坐标,以淫羊藿苷的峰面积为纵坐标,绘

制标准曲线,回归方程为 $Y=22\ 809.204\ X-160.008$, $r=0.999\ 4$,淫羊藿苷进样量在 0.098~0.230 μg 范围内与峰面积有良好的线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取同一份供试品溶液(批号:20020701),连续进样 5 次,每次 10 μL,分别测得峰面积积分值,结果 RSD 为 0.39%,表明仪器的精密度良好。

2.6 稳定性试验

取同一供试品溶液(批号:20020701),分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 测定峰面积,其结果的 RSD = 1.85%,表明供试品溶液中淫羊藿苷在 8 h 内稳定性良好。

2.7 重现性试验

分别精密称取同一批号样品(批号:20020705)5 份,依法独立测定。结果 RSD = 0.23%,表明方法重现性良好。

2.8 加样回收率试验

取已测知含量的样品(批号:20020701,含量为 0.491 8 mg/粒)5 份,每份 0.25 g,精密加入淫羊藿苷对照品 0.6 mL(0.411 6 mg/mL),按供试品测定方法测定,计算回收率(见表 1),结果平均回收率为 95.7%,RSD 为 0.3%。表明本法具有良好的准确性。

表 1 回收率试验结果

称样量(g)	已知量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
0.247 5	0.243 4	0.247 0	0.479 4	95.5
0.212 6	0.209 1	0.247 0	0.446 5	96.1
0.245 7	0.241 7	0.247 0	0.478 2	95.7
0.178 9	0.176 0	0.247 0	0.411 4	95.3
0.327 4	0.322 0	0.247 0	0.558 4	95.7

2.9 样品含量测定

取样品 3 批,按上述条件与方法进行测定,结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果(mg/粒)

批号	含量		平均含量
	1	2	
2002705	0.530 0	0.531 3	0.530 6
2002706	0.476 7	0.473 5	0.475 1
2002707	0.486 6	0.486 9	0.486 8

3 讨论

本试验对样品的前处理方法进行了考察。分别比较了超声提取与回流提取法,结果两者含量测定结果差异不大,而超声法方便、省时,故采用超声法。比较前处理时乙醚脱脂与不脱脂,结果从淫羊藿苷的含量看,几无明显差异,但色谱图显示不脱脂杂质峰较多,对色谱柱污染多。因此采用乙醚超声 10 min 脱脂效果较佳。

(收稿日期:2004-01-08)

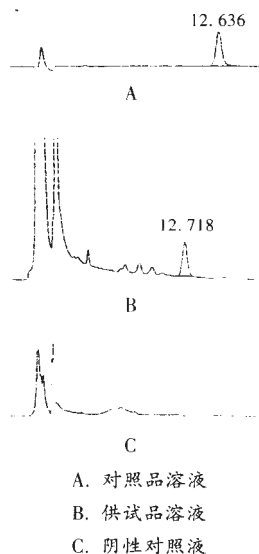


图 1 高效液相色谱图