

· 药物分析与检验 ·

反相高效液相色谱法测定抗骨松冲剂中淫羊藿苷的含量

赵 丁 蒋 晔 刘伟娜 张振华 郑小丽 王秀云

(河北医科大学药学院, 石家庄 050017)

摘要 采用反相高效液相色谱法测定抗骨松冲剂中淫羊藿苷的含量。色谱柱 Nucleosil C₁₈ (5 μ m)200 \times 4.6mm。流动相 甲醇—水—冰醋酸(60:40:0.5)。流速 1.0ml/min。检测波长 268nm。内标 非那西丁。方法线性范围:0.0208—0.1040mg/ml。r = 0.9998 平均回收率:101.20%。

关键词 反相高效液相色谱法 淫羊藿苷

抗骨松冲剂是一种含十一味中药的治疗骨质疏松的复方制剂,疗效确切。淫羊藿苷(Icariin)是淫羊藿中主要成分之一^[1],其含量测定已有薄层层析法,库仑滴定法^[2]和高效液相色谱法(HPLC)的报道^[3-6]。高效液相色谱法中,多为外标法。本文采用内标法,对抗骨松冲剂中淫羊藿苷进行了测定。

实验部分

1 仪器与试剂

美国 Varian 5000 液相色谱仪,UV100 紫外可变波长检测器, Hp3390A 积分仪;上海 CQ50 超声波清洗器。淫羊藿苷对照品,中国药品生物制品检定所提供;非那西丁对照品,河北省药检所提供。甲醇为色谱纯,其它试剂皆为分析纯、水为重蒸水。抗骨松冲剂样品为厂家提供三种不同批号的浸膏:960228、960311、960315。

2 实验方法

2.1 色谱条件

色谱柱 Nucleosil—C₁₈200 \times 4.6mm, 5 μ m。直接连接式保护柱,柱温 26 $^{\circ}$ C;流动相:甲醇—水—冰醋酸(60:40:0.5),流速 1ml/min,灵敏度 0.05Au/mv,检测波长 268nm。

按上述色谱条件注入抗骨松冲剂样品(简称复方样品)溶液及复方空白样品(按抗骨松冲剂的处方与生产工艺,去淫羊藿制得的样品)溶液,记录色谱图,结果表明复方样品中淫羊藿苷与内标峰分离较好,且保留时间适宜。

2.2 标准曲线的制备

精密吸取淫羊藿苷对照品溶液(0.208mg/ml) 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml,分别置于10ml容量瓶中,各加入0.20ml内标液(1.014mg/ml),用甲醇定容。分别量取各溶液10 μ l,注入液相色谱仪,以浓度(X)为横坐标,淫羊藿苷峰面积与内标峰面积之比(Y)为纵坐标,求回归方程:Y = 66.188X - 0.0773 r = 0.9998 线性范围:0.0208—0.1040mg/ml。

2.3 样品含量测定

精密称取三种不同批号的浸膏各20g(含生药量5g/g),置100ml容量瓶中,加重蒸水溶解、定容,得样品溶液(含生药量1g/ml)。各精密量取5ml,水浴蒸干,分别加内标2ml和50%乙醇40ml,超声提取30min,过滤,滤液用50%乙醇定容至100ml,摇匀,溶液经0.45 μ m微孔膜过滤。HPLC分析,记录峰面积,用标准曲线计算,结果为0.0436 \pm 3.12%(n=3)

2.4 方法精密度考察

取同一样品,依法制成7份待测溶液,HPLC分析的平均值为0.0436%,RSD=1.43%。

2.5 方法回收率试验

取同一样品溶液3份,每份5ml,水浴蒸干后分别加内标液2ml,淫羊藿苷对照品溶液5、10、20ml,各加入50%乙醇40ml,依法处理,HPLC分析,得回收率为101.2 \pm 1.60%(n=3)

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上海:上海科学技术出版

- 社, 1986。2250。
- 2 徐礼荣, 沙世炎. 中草药有效成分分析法. 北京: 人民卫生出版社, 1984, 359
 - 3 李章万, 刘三康、钱广生, 等. 四种含淫羊藿中成药中羊藿甙的含量测定. 华西医科大学学报, 1995, 26(1): 66
 - 4 柴逸峰, 李修禄. 用反相高效液相色谱法测定淫羊藿及其制剂中淫羊藿甙的含量研究. 药物分析杂志, 1991, 11(3): 207
 - 5 沙振方, 孙文基. 淫羊藿中淫羊藿甙的 HPLC 法测定. 药物分析杂志, 1988, 8(6): 341
 - 6 张艺, 肖崇厚, 孟宪丽, 等. HPLC 法测定成产淫羊藿属植物的淫羊甙含量. 中国中药杂志, 1995, 20(5): 265

收稿日期: 1996—07—23

Determination of Icariin in Kanggusong Granula by RP-HPLC

Zhao Ding, Jiang Ye, Liu Weina, Zhang Zhenhua, Zheng Xiaoli, Wang Xiuyun*
(School of Pharmacy, Hebei Medical University, Shijiazhuang 050071)

Abstract A RP-HPLC method was established for analysing icariin in kanggusong granula. Icariin was separated on Nucleosil C₁₈ column with a mobile phase of MeOH-H₂O-HAc(60:40:0.5, v/v) and detected at 268nm, using phenacetin as internal standard. The flow rate was 1.0ml/min. The column temperature was 26°C. The linear range was 0.0208-0.1040mg/ml, $r = 0.9998$. The average recovery of icariin was 101.20%.

Key words RP-HPLC, Icariin

(on page 30)