

# RP-HPLC 法测定参鹿补片中淫羊藿苷的含量

★ 周晓<sup>1</sup> 袁桂平<sup>2</sup> (1. 江西本草自然风保健养生有限责任公司 南昌 330000; 2. 江西省食品药品检验所 南昌 330029)

关键词: 参鹿补片; 淫羊藿苷; RP-HPLC 法

中图分类号: R 288 文献标识码: A

参鹿补片具有益气养血, 补肾壮阳等功效, 用于肾阳虚衰、气血不足, 畏寒肢冷, 精神疲乏, 腰膝酸软, 头晕耳鸣。原质量标准中无定量指标, 本文采用 RP-HPLC 法, 用外标峰面积法测定该制剂中有效成分淫羊藿苷的含量, 结果表明: 本法可作为监测和控制该制剂质量指标的手段。

## 1 仪器、药品与试剂

SHIMADZU LC-2010A HT 系列高效液相色谱仪, 包括在线脱气机, 全自动进样器, 紫外可变波长检测器。淫羊藿苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0854-9902。乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 乙醇等其它试剂均为分析纯。

## 2 含量测定

2.1 色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基键合硅胶为填充剂; 乙腈-水 (29: 71) 为流动相; 检测波长为 270 nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 2 000。

2.2 对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量, 精密称定, 用甲醇制成每 1 ml 中含 16  $\mu\text{g}$  的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 10 片, 研细, 取约 0.25 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入稀乙醇 50 ml, 称定重量, 超声处理 1 小时, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 用 0.48  $\mu\text{m}$  滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10  $\mu\text{l}$ , 注入液相色谱仪, 测定, 5 批样品测定结果见表 1。

## 3 方法学考察

3.1 专属性 按参鹿补片的制备方法制得去淫羊藿空白样品, 再按供试品溶液制备方法制得去淫羊藿空白溶液, 按含量测定法测定, 比较供试品溶液

HPLC 色谱及淫羊藿苷对照品色谱, 结果阴性样品中其它成分对淫羊藿苷峰无干扰。

表 1 淫羊藿苷含量测定结果

| 批号       | 淫羊藿苷含量/ $\text{mg} \cdot \text{片}^{-1}$ |
|----------|-----------------------------------------|
| 20000623 | 0.62                                    |
| 20001215 | 0.45                                    |
| 20010622 | 0.62                                    |
| 20021114 | 0.37                                    |
| 20031018 | 0.42                                    |

3.2 线性关系考察 精密称取淫羊藿苷对照品 8.04 mg, 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密吸取 1 ml 置 10 ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。精密吸取上述对照品溶液 2、5、10、15、20  $\mu\text{l}$ , 注入液相色谱仪分析。以进样量 ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线并进行回归分析, 结果表明: 淫羊藿苷进样量在 0.032 16 ~ 0.321 60  $\mu\text{g}$  范围内, 峰面积与对照品进样量呈良好的线关系。

3.3 精密度试验 按样品测定项下方法制备供试品溶液 1 份, 取续滤液, 连续进针 5 次, 结果淫羊藿苷精密度良好, RSD 值为 0.7625%, 说明仪器精密度良好。

3.4 提取方法的考察 取本品重量差异项下的内容物, 研细, 取 3 份, 每份约 0.25 g, 精密称定, 分别精密加入稀乙醇、甲醇、无水乙醇各 50 ml, 称定重量, 分别采用加热回流 30 分钟, 加热回流 60 分钟, 超声处理 60 分钟, 及分别超声处理 30、60、120 分钟, 放冷, 分别用各自溶剂补足减失重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 按上述色谱条件, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 计算含量, 结果: 采用稀乙醇、超声处理 60 分钟的方式提取供试品中的淫羊藿苷, 提取率最高。

3.5 稳定性试验 按样品测定项下方法制备供试品溶液一份, 取续滤液, 分别放置 0、2、4、8、12 小时

## 读案记疑——医杂絮语之一

★ 朱炳林 (江西省波阳县中医院 波阳 333100)

关键词:清代名医医案精华;缺陷;医话

中图分类号:R-092 文献标识码:A

学问之事,欲达缜密无间,谈何容易,故清代学者俞樾先生有“是书不可尽信,凡书皆然”之叹。既然“凡书皆然”,医案岂能例外?余平时读书,见到疑问处,曾一一记下。现仅就《清代名医医案精华》(以下简称本书)一书整理于下,供同道参考。需要说明的是此书真好,它将清代叶天士、薛生白、吴鞠通等二十位名医医案精选在此,能有效地指导临床。几十年,余受惠甚多,虽有缺陷,似灰尘点点,终掩盖不了它的光辉。

## 1 随意增删

陆九芝说过:“医则全在接方上见本领”,此言不虚,删掉复诊,医案不全。如曹仁伯“内伤杂病门”首案共9诊(《增评柳选四家医案》),本书只择1、4、9三诊<sup>[1]</sup>张仲华“内伤”门第二案<sup>[2]</sup>“湿病”门一案<sup>[3]</sup>,两案的复诊案被删。张仲华“腹痛”案<sup>[4]</sup>首诊温下,认证准,胆大心细,一下即痛止汗收,这在“再诊”中已写明,且接方轻灵,也被删。王旭高“呕

啰”门第五案共7诊,删了4、5、7诊<sup>[5]</sup>;第六案共4诊,删了2、3诊<sup>[6]</sup>;第七案<sup>[7]</sup>首诊后尚有“外用葱头十四个,盐一杯,炒热熨痛处”亦删。王旭高“内伤”第六案<sup>[8]</sup>原“珠粉”下有“朝晨用燕窝汤送下三分”被删;又“神志”第二案<sup>[9]</sup>原“猪胆”下有“一个,用川芎五分研,纳入,以线扎好入煎”,柳宝诒曾就此品评:“妙在川芎一味,入猪胆内,可以疏木郁,壮胆气,开后人无数法门也。”(《增评柳选四家医案》)可惜也被删掉。王旭高“痰饮”第四案<sup>[10]</sup>原方是在茯苓一分细辛泡汤拌浸焙;冬术以二分熟附煎汁拌炒;甘草以一分麻黄泡汤拌浸焙;炮姜以五粒五味子同焙。柳氏认为“方中以辛烈之品煎汁,收入甘平药内,用意颇巧”,本书全删,另增细辛一味。王旭高“癰癤”门首案<sup>[11]</sup>曾有“午后服六君子丸三钱”;“妇人”门第六案<sup>[12]</sup>有“另朝服肾气丸三钱”;张仲华“内伤”门首案<sup>[13]</sup>“服药后令煮糜粥,以备半夜病人思纳,切嘱不可多与。”均被删。尤氏“诸痛”门第三

后进样,记录淫羊藿苷峰面积,结果:淫羊藿苷 RSD 值为 1.8%,说明供试品溶液在 12 小时内稳定性良好。

3.6 重复性试验 按样品测定项下方法制备供试品溶液 5 份,然后测定峰面积,计算含量,结果:平均含量为 1.541 7 mg/g, RSD 值为 0.3%。

3.7 加样回收率试验 取已知含量的同一批样品约 0.25 g 共 5 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入浓度为 0.197 mg/ml 淫羊藿苷的稀乙醇溶液 2 ml,按样品测定项下的方法进行测定峰面积,计算含量,结果:平均回收率为 100.6%, RSD 值为 1.4%。

## 4 结论

(1) 查阅相关液相方法测定淫羊藿含量的报

道,从中发现许多报道测定方法不稳定,所用流动相较复杂,并且难摆脱峰型差、干扰大等缺陷。

(2) 本文采用成方中淫羊藿测定淫羊藿苷的方法,条件重现性好,峰型美观,而且能较好地控制药品质量,因此,生产企业用于生产控制,能保证产品质量可靠、安全有效。

## 参考文献

- [1] 徐璐珊、徐国钧. 中国药理学[M]. 北京:中国医药科技出版社, 1996:1 480.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:化学工业出版社, 2005:229.

(收稿日期:2008-06-24)