

制该产品中丹参素含量,可控制产品中丹参的质量。

**参考文献:**

[1] 张建中,吕迁洲,王新宏,等. HPLC 测定活血合剂中丹参素、原儿茶醛的含量[J]. 中成药,2002,24(1):24.

[2] 韩桂如,赵志军,刘铁刚,等. 丹参制剂中原儿茶醛及丹参素的同时定量分析[J]. 中成药,2000,22(12):872.

[3] 盛景芬. 高效液相色谱法测定丹参注射液中原儿茶醛和丹参素的含量[J]. 中成药研究,1987,(7):14.

收稿日期:2006-04-03

## HPLC 法测定养精胶囊中淫羊藿苷的含量

陆晓和,金保方,王修来(南京军区南京总医院,江苏南京 210002)

**摘要 目的:**建立测定养精胶囊中淫羊藿苷含量的高效液相色谱方法。**方法:**采用 Phenomenex C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(30:70);流速:0.8 ml/min;检测波长:270 nm。**结果:**淫羊藿苷在 122.2~611.0 ng 范围呈良好线性关系,  $r=0.9996$ , 平均回收率 98.2%,  $RSD$  1.33%。**结论:**本法简便可行,准确性高,重现性好,适用于该制剂含量控制。

**关键词** 养精胶囊;淫羊藿苷;HPLC

**中图分类号:**R917 **文献标识码:**A **文章编号:**1006-0111(2007)01-0035-03

## Determination of icarrin in Yangjing capsule by HPLC

LU Xiao-he, JIN Bao-fang, WANG Xiu-lai (Nanjing General Hospital of Nanjing Military Command, Nanjing 210002, China)

**ABSTRACT Objective:** To establish an HPLC method for determination of Icarrin in Yangjing Capsule. **Methods:** The determination was performed on Phenomenex C<sub>18</sub> column(250mm × 4.6 mm, 5 μm). The mobile phase consisted of acetonitrile-water(30:70) with a flow rate of 0.8 mL/min. The detecting wavelength was at 270 nm. **Results:** The linear range of icarrin was 122.2~611.0 ng ( $r=0.9996$ ). The average recovery was 98.2% ( $RSD$ :1.33%). **Conclusion:** The established method is simple, convenient, accurate and reproducible, and suitable for the quality control of Icarrin content in Yangjing capsule.

**KEY WORDS** Yangjing capsule; icarrin; HPLC

养精胶囊是由淫羊藿、当归、紫河车等中药经提取后加工而成,具有滋阴补肾、活血通络、生精助阳的功效,用于少精症及性欲减退、勃起功能障碍等。淫羊藿为本方的君药,淫羊藿苷为已知的主要成分,因此,本文将该成分作为测定指标。

### 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** Waters 600E-717-2996 液相系统, Empower 工作站;

**1.2 试剂** 淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:07372200111),养精胶囊(南京军区总医院制剂科,批号为:050925,050928,050930)。甲醇为分析纯(南京化学试剂一厂),乙腈为色谱纯(Merck),水为纯净水。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱:Phenomenex C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.5 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(30:70);检测波长:270 nm;流速:0.8 mL/min;柱温:30℃;进样体积:10 μL。

**2.2 对照品溶液的制备** 取淫羊藿苷对照品 12.22 mg,置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 精确称取本品内容物 1.5 g,置 25 mL 量瓶中,精确加入甲醇 20 mL,称重,超声提取 30 min,放冷,再次称重,加甲醇补足减失的重量,摇匀,即得。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 取不含淫羊藿的本品组方一定量,按成品制备工艺及供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。

**2.5 系统适应性试验** 取阴性对照溶液,对照品溶液和供试品溶液按上述色谱条件进样。结果表明:阴性对照溶液对样品中淫羊藿苷的测定无干扰,淫

基金项目:江苏省“六大人才高峰”基金(2005A5)

作者简介:陆晓和,女,教授,主任药师. E-mail: luxiaoh@med-mail.com.cn.

通讯作者:金保方, E-mail: hexiking@126.com.

羊藿苷保留时间为 9.7 min 左右。见图 1 和图 2。

**2.6 线性关系的考察** 取对照品溶液, 精确进样 5、10、15、20、25  $\mu\text{L}$ 。结果见表 1。以峰面积对淫羊藿苷 (ng) 回归计算, 结果表明线性关系良好, 回归

方程及相关系数分别为:  $Y = 2\,443.9X - 6\,683.9$  ( $Y$  为峰面积,  $X$  为进样量 ng);  $r = 0.999\,6$ ; 线性范围: 122.2 ~ 611.0 ng。

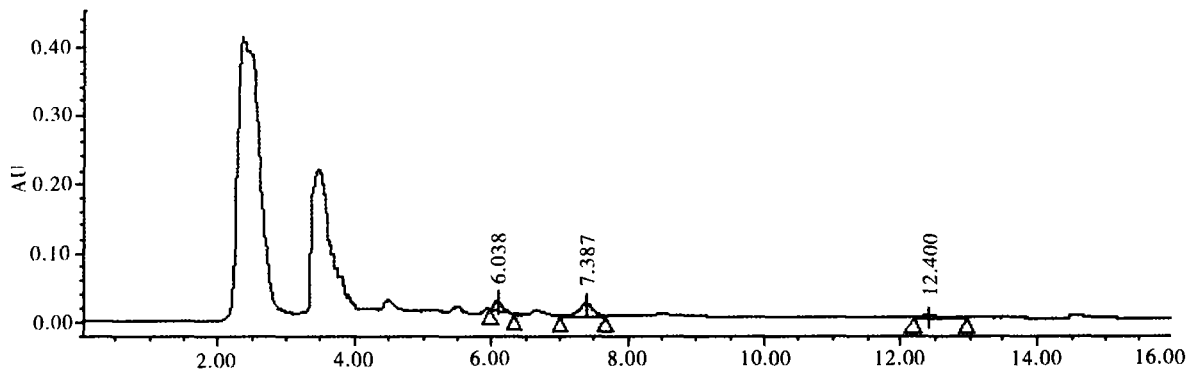


图 1 养精胶囊中淫羊藿苷阴性对照品的色谱图

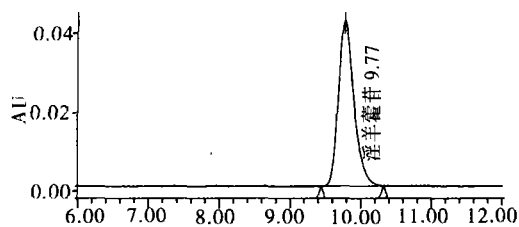


图 2 淫羊藿苷对照品的色谱图

表 1 淫羊藿苷的标准曲线考察结果

对照品浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	进样体积 ( $\mu\text{L}$ )	进样量 ( $\mu\text{g}$ )	峰面积
24.44	5	122.2	290 132.1
24.44	10	244.4	594 322.4
24.44	15	366.6	888 898.3
24.44	20	488.8	1 184 704.3
24.44	25	611.0	1 488 149.9

**2.7 精密度试验** 取供试品溶液, 连续进样 5 次, 峰面积分别为: 593 975, 599 689, 598 293, 600 033,

594 322,  $RSD$  为 0.49%。结果表明本仪器精密度良好。

**2.8 重现性试验** 精确称取同一批号本品共 5 份, 依法处理, 进样 10  $\mu\text{L}$ , 平均含量 0.032%,  $RSD$  小于 3% (表 2)。结果表明本试验方法重复性良好。

**2.9 稳定性考察** 精确称取同批号本品, 依法处理, 制得供试品溶液, 间隔 2h 进样, 分别测得淫羊藿苷峰面积为: 604 292 (0 h), 629 869 (2 h), 623 737 (4 h), 634 812 (8 h), 644 726 (12 h),  $RSD$  为 2.38%。结果表明本品药材含量测定溶液放置 12 h 内稳定。

**2.10 加样回收试验** 按样品溶液制备方法取样量一半, 取同批次本品细粉 6 份, 精确称定; 精确量取淫羊藿苷对照品溶液 (0.122 2 mg/mL) 2 mL 分别加入样品瓶中, 按含量测定方法处理, 制成 6 份样品溶液, 每份进样 1 次, 求其平均回收率为 98.2%,  $RSD$  值为 1.33%。加样回收试验结果见表 3。

表 2 养精胶囊样品中淫羊藿苷测定的重现性试验结果

	1	2	3	4	5	$RSD\%$	平均含量%
淫羊藿苷峰面积	593 972	617 490	614 931	632 074	604 292		
淫羊藿苷含量 (%)	0.032 2	0.031 7	0.032 0	0.032 1	0.033 3	1.90	0.032

表 3 养精胶囊样品中淫羊藿苷测定的加样回收试验结果

供试品	称样量 (mg)	样品含量 (%)	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得峰面积	测得总量 (mg)	回收率%	平均回收率%	$RSD\%$
1	740.68	0.032	0.237	0.244 4	571 732	0.473	97.1		
2	723.42	0.032	0.231	0.244 4	570 121	0.472	98.6		
3	740.57	0.032	0.237	0.244 4	575 496	0.476	97.8		
4	718.33	0.032	0.230	0.244 4	575 560	0.476	100.7	98.2	1.33
5	735.18	0.032	0.235	0.244 4	571 308	0.473	97.4		
6	728.96	0.032	0.233	0.244 4	569 542	0.472	97.8		

2.11 含量测定 取本品依法测定,结果见表 4。

表 4 养精胶囊样品中淫羊藿苷含量测定结果

批号	淫羊藿苷峰面积	淫羊藿苷含量(%)	淫羊藿苷每粒含量(mg/粒)
050925-1	637 863	0.033 0	0.101 1
050925-2	622 741	0.032 2	
050928-1	676 761	0.036 8	0.114 6
050928-2	682 758	0.037 1	
050930-1	651 895	0.034 9	0.109 2
050930-2	665 083	0.035 6	

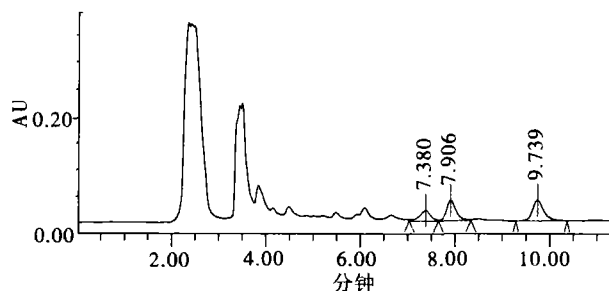


图 3 养精胶囊中淫羊藿苷分离的色谱图

3 讨论

养精胶囊样品中淫羊藿苷含量的 HPLC 测定方法,主要参考了中华人民共和国药典(2005 版,一

部)淫羊藿药材的含量测定方法<sup>[1]</sup>。采用乙腈-水(30:70)为流动相进行洗脱,结果如图 3 所示,淫羊藿苷峰(保留时间 9.7min)与养精胶囊样品中其它成分的色谱峰分离完全,对称性符合要求,理论塔板数、保留时间都比较理想。说明该方法完全适用于养精胶囊样品中淫羊藿苷的分离。

为了确定淫羊藿苷的最佳测定波长,本实验对淫羊藿苷对照品溶液进行了 200~400 nm 的紫外光谱扫描,可见在 270 nm 处有淫羊藿苷的最大吸收波长,这与相关文献报道一致<sup>[1-3]</sup>,故将淫羊藿苷的检测波长定为 270 nm。

实验结果表明,本方法具有良好的重现性和准确性,可在此基础上建立养精胶囊制剂的质量标准;也可在此基础上,建立以淫羊藿苷为主要成分的其它制剂中淫羊藿苷含量的测定方法。

参考文献

- [1] 中国药典 2005 版[S].一部. 2005:229.
- [2] 胡东梅,孟舒,高洪义,等. HPLC 测定补肾壮骨胶囊中淫羊藿苷含量[J]. 中成药,2004,26(12):1082.
- [3] 钱叶,田永华. HPLC 测定强力片中淫羊藿苷的含量[J]. 中成药,2005,27(2):217.

收稿日期:2006-09-18

牡丹皮中丹皮酚的提取工艺研究

孟喜成(山西省大同市第七人民医院,山西 大同 037005)

**摘要 目的:**对牡丹皮中丹皮酚的提取工艺进行研究,考察超声辅助水蒸气蒸馏提取的效果,改进提取工艺。**方法:**采用中国药典 HPLC 方法测定丹皮酚的含量,系统比较蒸馏水用量、乙醇加入量和超声时间等 3 个主要因素,计算馏出液中丹皮酚的提取结果。**结果:**确定水蒸气蒸馏提取牡丹皮中丹皮酚的工艺为药材加 10 倍量蒸馏水,超声 20 min 后,蒸馏,收集至蒸馏液不再浑浊时为止。**结论:**本工艺采用超声对药材进行预处理,可以极大的提高丹皮酚的提取效率,操作简单、成本低、毒性小,可用于丹皮酚的大规模制备。

**关键词** 丹皮酚;水蒸气蒸馏;提取工艺

中图分类号:R284.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2007)01-0037-03

Study of extraction technology of paeonol in *Cortex Moutan*

MENG Xi-cheng (Datong Seventh People Hospital, Datong 037005, China)

**ABSTRACT Objective:**To study the extraction technology of paeonol from *Cortex Moutan*, and improve the extraction method of steam distillation with ultrasonic assistance. **Methods:**The paeonol was determined by HPLC method in Chinese Pharmacopeia 2005. The distilled water amount, alcohol addition amount and ultrasonic time, meanwhile were compared, the extraction amounts of paeonol in distillate were calculated. **Results:**The final affirmed method of paeonol extraction was ten times distilled water and transonic twenty minutes, then distill until the distillate was not turbid. **Conclusion:**

作者简介:孟喜成(1962-)男,学士,主管药师. E-mail:meng.xch@163.com.

The final method was pretreated by ultrasonic which could increase