

4 讨论

在摸索提取条件时,我们采取了加热回流、冷浸和超声波震荡等提取方法,结果超声波提取方法方便、迅速,提取完全。

参考文献:

[1] Christopher H. 贯叶金丝桃的研究[J]. 国外医药-植物药分册, 1990, 5(4): 150-154.

[2] 刘一兵. 贯叶金丝桃研究进展I-原植物、采收、制剂和化学成分[J]. 国外医药-植物药分册, 1998, 13(3): 99-104.

[3] 朱晓薇. 贯叶金丝桃研究进展II-药代动力学、药效学和临床应用[J]. 国外医药-植物药分册, 1998, 13(4): 153-156.

[4] 朱晓薇. 贯叶金丝桃研究进展II-药代动力学、药效学和临床应用(续)[J]. 国外医药-植物药分册, 1998, 13(5): 210-214.

[5] 王慕邹. 常用中草药高效液相色谱分析[M]. 北京: 科学出版社, 1999.

[6] 沙明, 黄爱民, 杨松松. 高效液相色谱法测定朝鲜淫羊藿中金丝桃苷的含量[J]. 中国中药杂志, 1995, 20(6): 357-258.

HPLC法测定更年安片中五味子甲素和五味子乙素的含量

崔兰贵, 王火, 朱铁梁, 刘明琴, 刘继铁, 胡迎庆, 陈虹*

(武警医学院, 天津 300162)

摘要: 目的 测定更年安中五味子甲素和五味子乙素的含量。方法 样品用环己烷超声提取, 过滤, 蒸干。残渣用乙腈-甲醇(1:1)溶解后, 经 HPLC 仪测定。色谱柱: Phenomenex C₁₈ 柱(5 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm), 柱温 22 $^{\circ}$ C, 流动相: 乙腈-甲醇-水(15:15:10), 检测波长: 254 nm。结果 更年安中五味子甲素和五味子乙素与其它成分分离良好, 保留时间分别约为 14.6 和 19.1 min。五味子甲素对照品线性浓度范围 1.0~80 μ g/mL, $r=0.9996$, 平均回收率为 96.5%, RSD 为 3.28% ($n=5$)。五味子乙素对照品线性浓度范围 1.0~80 μ g/mL, $r=0.9998$, 平均回收率为 94.7%, RSD 为 3.49% ($n=5$)。结论 本法灵敏度高, 操作简便, 结果准确, 可用于更年安中五味子甲素和五味子乙素的含量测定。

关键词: 更年安; 五味子甲素; 五味子乙素; HPLC

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)05-0409-03

Determination of deoxyschizandrin and schisandrin B in GENGNIAN'AN* TABLET by HPLC

CUI Lan-gui, WANG Huo, ZHU Tie-liang, LIU Ming-qin, LIU Ji-tie, HU Ying-qing, CHEN Hong

(Medical College of Chinese People's Armed Police Forces, Tianjin 300162, China)

Abstract **Object** To determine the concentration of deoxyschizandrin and schisandrin B in GENGNIAN'AN TABLET by HPLC. **Methods** Samples of GENGNIAN'AN TABLET were extracted with cyclohexone with the aid of supersonic wave, filtered and the filtrate evaporated to obtain a residue which was dissolved in methanol-acetonitrile (1:1) and determined by HPLC using Phenomenex C₁₈ (5 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm) at a column temperature of 22 $^{\circ}$ C, methanol-acetonitrile-water (15:15:10) was used as the mobile phase, and detected at a wavelength of 254 nm. **Results** The peaks of deoxyschizandrin and schisandrin B appear at about 14.6 min and 19.1 min. The standard curves of both deoxyschizandrin and schisandrin B showed linearity in the concentration range of 1.0~80 μ g/mL, and their $r=0.9996$ and $r=0.9998$. The average recovery rate of deoxyschizandrin and schisandrin B were 96.5% RSD 3.28% ($n=5$) and 94.7% RSD 3.49% ($n=5$) respectively. **Conclusion** This method was found to be sensitive, quick and accurate for the determination of deoxyschizandrin and schisandrin B in GENGNIAN'AN TABLET.

Key words GENGNIAN'AN TABLET, deoxyschizandrin; schisandrin B; HPLC

* GENGNIAN'AN is a traditional folk prescription containing *Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill. and many other herbal drugs for the treatment of discomforts during climacterium.

更年安片收载于《中华人民共和国药典》1990年版, 由熟地黄、何首乌、泽泻、茯苓、五味子、珍珠

母、玄参、夜交藤、浮小麦等味药经加工而成, 具有滋阴清热、除烦安神等功能, 用于治疗更年期出现的潮

* 收稿日期: 2000-12-26

作者简介: 崔兰贵(1955-), 男, 河北平山县人, 大学文化, 主管药师。现为武警医学院附属医院药剂科副主任。研究方向: 药物制剂。

热、出汗、眩晕、耳鸣、烦躁不安、血压不稳等症。药典中以性状、鉴别和片剂通则检查评价更年安片的质量,没有含量测定方法。某些含五味子的中成药中五味子甲素、五味子乙素等的含量测定方法已有报道^[1-4],更年安糖衣片中有效成分含量测定方法未见报道。五味子甲素、五味子乙素为更年安片中有效成分,具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心、保肝、降低转氨酶的作用。本研究建立了 HPLC 法测定更年安片中五味子甲素和五味子乙素含量的方法。

1 仪器和试剂

岛津 HPLC-10A 高效液相色谱仪, SPD-10A 紫外-可见检测器, FA1004 分析天平 (上海天平仪器厂制造)。

五味子甲素、五味子乙素对照品 (中国药品生物制品检定所)。甲醇、乙腈均为色谱纯。

对照品储备液为 960.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 五味子甲素和 960.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 五味子乙素的甲醇溶液。实验用样品为天津达仁堂制药厂生产更年安糖衣片 (批号 000694、991048、981203)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Phenomenex C_{18} (5 μm , 250 mm $\times$ 4.60 mm) 柱, 流动相: 乙腈-甲醇-水 (15: 15: 10), 检测波长: 254 nm, 进样量 10 μL , 纸速: 1 mm/min。

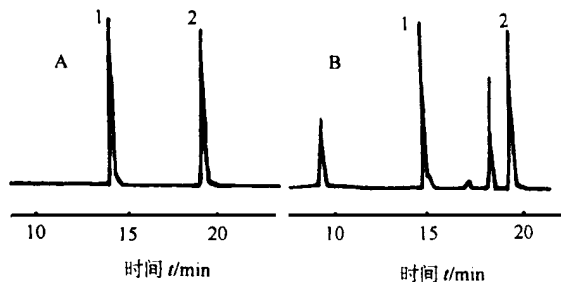
2.2 样品溶液的制备: 取更年安糖衣片 10 片, 去糖衣, 称重 (0.36 克/片), 研细, 精密称取 1 g, 置 25 mL 容量瓶中, 精密加环己烷至刻度, 超声 10 min, 过滤至 50 mL 锥形瓶中, 水浴加热, 挥干。残渣用甲醇-乙腈 (1: 1) 10 mL 少量多次提取, 每次超声 10 min, 提取液置 25 mL 容量瓶中定容, 摇匀。用微孔滤膜过滤, 弃去初滤液, 续滤液备用。

2.3 色谱行为: 分别取对照品溶液、样品溶液各 10 μL , 按以上色谱条件分别进样, 绘制色谱图 (图 1), 五味子甲素峰和五味子乙素峰与更年安中其他组分良好分离。五味子甲素保留时间为 14.6 min, 五味子乙素保留时间为 19.1 min。

2.4 线性关系: 分别精密吸取对照品储备液 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0 mL 置 25 mL 容量瓶中加甲醇稀释至刻度, 按上述色谱条件, 分别重复进样, 测定, 记录峰面积。分别以五味子甲素对照品峰面积均值 A 和五味子乙素对照品峰面积均值 A 对其浓度 C ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 线性回归, 得回归方程:

五味子甲素: $A = 21\,485C - 4\,737$, $r = 0.999\,6$

五味子乙素: $A = 14\,729C + 2\,470$, $r = 0.999\,8$



A-对照品; B-样品; 1-五味子甲素; 2-五味子乙素

图 1 样品 HPLC 图

五味子甲素和五味子乙素均在 1.0 ~ 80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内呈良好的线性关系。

2.5 仪器精密度和方法重复性: 取样品溶液 10 μL , 重复进样 5 次, 五味子甲素和五味子乙素峰面积积分值的日内 RSD 分别为 1.81% 和 0.63%。连续 5 d 进样, 五味子甲素和五味子乙素峰面积积分值的日间 RSD 分别为 1.39% 和 2.38%。

同一批样品, 分别按样品制备项下方法操作, 制备样品溶液 5 份, 进样测定, 计算五味子甲素和五味子乙素峰面积积分值的 RSD , 分别为 3.13% 和 3.37%。

2.6 加样回收率: 取同一已知五味子甲素和五味子乙素含量的更年安片样品细粉, 精密称取 5 份, 分别准确加入不同浓度的对照品液, 各份均依样品测定项下方法测定, 计算平均回收率和 RSD 分别为 96.5%、3.28% 和 94.7%、3.49% ($n = 5$)。

2.7 样品测定: 按样品溶液制备项下方法制备样品溶液。取 10 μL 注入高效液相色谱仪, 记录色谱峰面积, 外标法计算, 结果见表 1。

表 1 更年安片中五味子甲素和五味子乙素含量

批号	甲素 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	RSD (%)	乙素 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	RSD (%)
000694	88.3	0.28	858.5	4.05
991048	184.7	3.22	82.1	2.56
981203	-	-	41.3	3.50

3 讨论

3.1 对五味子有效成分的检测, 文献多采用正己烷为溶剂, 本文则选用环己烷提取, 超声 10 min, 挥干, 残渣用甲醇-乙腈 (1: 1) 溶解, 以减小溶剂极性, 提高五味子甲素和五味子乙素溶解性, 同样具有较高的回收率。

3.2 检测更年安的 3 个批号发现, 批号 000694 五味子甲素和五味子乙素的含量比为 1: 10, 与文献报道的北五味子的两者的含量比接近^[5], 故该批号的药材以北五味子为主。而批号 991048, 五味子甲

素的含量较高则该批号的药材以南五味子为主。

3.3 文献选用乙腈-水(68∶32)含0.2%的磷酸,用三乙胺调pH^[4],我们改用乙腈-甲醇-水为15∶15∶10,各峰良好分离,该溶剂系统经济实用。

参考文献:

[1] 吴健敏,张启明,严克东. HPLC测定生脉粉针中五味子有效成分五味子醇甲的含量[J]. 药物分析杂志, 1993, 13(5): 328-330.

- [2] 何燕萍,蔡阳,朱珍燕. 复方中成药慢肝宝冲剂中五味子乙素的含量测定[J]. 中国中药杂志, 1995, 20(9): 541-543.
- [3] 王慕邹,李白龙. 北五味子有效成分的高效液相色谱测定[J]. 药科学报, 1983, 18(3): 209.
- [4] 谭生建,屈雪莲,杨成勇,等. 肝复康中五味子甲素和五味子乙素含量测定方法研究[J]. 解放军药科学报, 2000, 16(5): 270-272.
- [5] 张勇煜,郭允珍,中岛薰,等. 不同产地五味子木质素成分的高效液相色谱法测定[J]. 药物分析杂志, 1990, 10(3): 146-149.

不同煎煮方法和配伍因素对汤剂中阿魏酸含量的影响

黄 熙¹,任 平²,王骊丽²,张 莉^{2*}

(1. 北京大学 中医药现代研究中心,北京 100083; 2. 第四军医大学西京医院,陕西 西安 710032)

摘 要: 目的 测定用不同煎煮方法所得川芎单煎液和川芎配伍赤芍的合煎液对阿魏酸含量的影响。方法 用液相色谱-质谱联用仪和高效液相色谱仪测定煎液中阿魏酸。结果 川芎单煎液中阿魏酸的溶出量较芍药合煎液中显著增多,不同煎煮方法的川芎单煎液中阿魏酸含量无显著差异。结论 以此可作为川芎方剂药动学研究的质控标准和方剂治疗药物进一步监测的质控标准。

关键词: 阿魏酸;煎剂;川芎;赤芍

中图分类号: R927.11 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2001)05-0411-03

Effect of different decocting methods and compatible medicinal herbs on concentration of ferulic acid in decoctions

HUANG Xi¹, REN Ping², WANG Lili², ZHANG Li²

(1. Modernization Institute Center of TCM, Beijing University, Beijing 100083, China; 2. Xijing Hospital, Forth Military Medical University, Xi'an Shanxi 710032, China)

Key words ferulic acid (FA); decoction; *Ligusticum wachilli* France; *Paeonia veitchii* Lynch

阿魏酸(FA)是川芎的主要成分之一,具有抗氧化和自由基清除作用,保护膜脂质不受氧化,抑制血小板聚集和血小板血栓形成,经临床应用证明可对抗动脉粥样硬化^[1]。目前大量的研究集中在测定成药中FA的含量^[2,3],而研究汤剂不同配伍及煎煮条件对FA含量影响的文献并不多见^[4]。本实验对不同煎煮时间和加水量条件下的川芎、赤芍单煎液及二者不同比例(1∶1, 2∶1)配伍合煎液中的FA进行定性和定量测定,来寻找二者伍用的较好方法,并以此作为川芎方剂药动学研究^[5]的质量控制标准和方剂治疗药物进一步监测^[6]的质量控制标准。

1 仪器和药品

英国VG公司的液相色谱-质谱(LC-MS)联用仪(中国科学院生态检测中心)、贝克曼高效液相

色谱仪、165可变波长双通道紫外-可见检测器

样品:川芎购于都江堰市医药公司石羊镇医药批发站,赤芍购于四川省中江县,人工种植品的刮皮赤芍,由西北大学生物解剖学教研室鉴定为伞形科植物川芎 *Ligusticum wallichii* Hort;毛茛科芍药属 *Paeonia* 植物的干燥根,属于川赤芍 *Paeonia veitchii* Lynch

FA对照品(批号:773-9203),中国药品生物制品检定所提供。醋酸、甲醇均为AR级,水为3蒸水。

2 色谱条件

定性: C₁₈(SYBERSIL 填料, DDS)色谱柱 150 mm×4.6 mm, 5 μm(大连依利特科学仪器有限公司)为固定相,流动相:甲醇-乙酸-水=38∶0.3∶61.7

* 收稿日期: 2000-09-26

基金项目: 国家自然科学基金项目(Na 39870932, 39570870), 北京大学 985计划资助项目

作者简介: 黄 熙,男,42岁,湖南人,博士后,教授,主任医师,博士生导师。现为北京大学中医药现代研究中心副主任。研究方向: 中药复方药理、证本质。 Tel 010-62091404