

为  $Y = 36\,903.9X + 5\,392.5$ ,  $r = 0.9998$  结果表明氧化苦参碱在  $0.584 \sim 2.922 \mu\text{g}$  之间点样量与峰面积积分值线性关系良好。

3.4 稳定性试验: 取氧化苦参碱对照品溶液与样品溶液各  $4 \mu\text{L}$ , 交叉点于同一块薄层板上, 展开, 显色后, 分别于 0, 30, 60, 90, 120 min 进行扫描测定, 测定的对照品峰面积  $RSD$  为  $0.73\%$  ( $n = 5$ ); 样品峰面积  $RSD$  为  $1.91\%$  ( $n = 5$ ), 结果表明在 2 h 内, 对照品及样品基本稳定。

3.5 同板精密度试验: 分别吸取 5 个相同浓度的对照品与样品溶液分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述条件展开, 显色, 扫描测定。结果对照品斑点峰面积值的  $RSD = 2.17\%$ , 样品斑点峰面积值的  $RSD = 1.72\%$ 。

3.6 异板精密度试验: 在不同薄层板上交叉点氧化苦参碱对照品溶液 ( $2 \mu\text{L}$  与  $4 \mu\text{L}$ ) 与供试品溶液 ( $4 \mu\text{L}$ ) 数点, 按上述条件展开, 显色, 扫描测定, 计算含量, 测定了 5 块板上的同一样品的含量, 其平均值为  $0.0706 \text{ mg/mL}$ ,  $RSD$  为  $0.579\%$ 。

3.7 重现性试验: 取同一批样品 5 份, 按拟定条件测定, 其平均值为  $0.1615 \text{ mg/mL}$ ,  $RSD$  为  $2.61\%$ 。说明方法的重现性良好。

3.8 回收率试验: 采用加样回收试验, 5 次测定的平均回收率为  $99.90\%$ ,  $RSD$  为  $2.64\%$ 。

3.9 样品含量测定: 分别精密吸取上述对照品溶液

$2, 4 \mu\text{L}$ , 供试品溶液  $2 \sim 4 \mu\text{L}$ , 交叉点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 依法测定 5 批样品, 测定结果见表 1。

表 1 女洗宝洗液的含量测定结果

批号	氧化苦参碱含量 (mg/mL)
200316	0.1615
200314	0.1427
200315	0.2665
200308	0.1551
200306	0.2478

## 4 讨论

4.1 对女洗宝洗液中生物碱的提取, 曾先进行碱化, 再用有机溶剂萃取, 发现乳化现象严重, 回收率不好。经过各种试验尝试, 采用了将样品蒸发近干, 残留物未变干硬时, 迅速用盐酸-甲醇 (1:100) 溶液少量多次, 边搅拌研磨, 边将溶解部分倾取出来的办法。

4.2 对样品与对照品扫描图谱一致, 均在  $510 \text{ nm}$  处有最大吸收, 单波长及双波长锯齿扫描图一致, 背景均无干扰, 为了节约时间, 提高效率, 采用了单波长锯齿扫描。

4.3 本研究中采用碱性展开剂, 排除了非生物碱成分的干扰, 方法简单快捷, 重现性好, 精密度高, 为液体制剂中生物碱测定的一种理想方法。

### 参考文献:

- [1] 郑虎占, 董泽宏, 余靖. 中药现代研究与应用 (第三卷) [M]. 北京: 学苑出版社, 1998.
- [2] 中国药典 [S]. 2000年版. 一部.

# RP-HPLC法测定五子衍宗丸中五味子甲素、五味子乙素含量

郭怡懿, 胡晓炜, 倪美文\*

(杭州市药品检验所, 浙江 杭州 310014)

五子衍宗丸为常用中成药, 是《中华人民共和国药典》2000年版一部的收载品种, 由车前子、枸杞子、菟丝子、覆盆子、五味子组成, 具有补肾益精的功效。五味子为方中重要药味, 其中五味子甲素、五味子乙素为重要有效成分。药典仅确定了五味子甲素的 TLC 定性鉴别方法, 而定量分析方法未见报道。本文以五味子甲素、五味子乙素为指标成分, 建立了五子衍宗丸中五味子甲素、五味子乙素的 HPLC 测定法, 为该中成药的质量控制提供了评价方法。

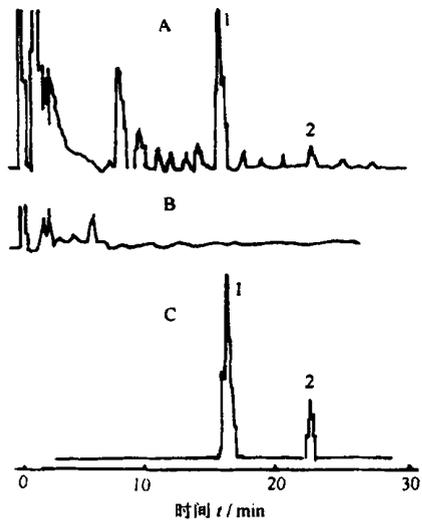
## 1 仪器与材料

Agilent 1100 高效液相色谱仪, UPPER 色谱工作站, 五味子甲素、五味子乙素对照品由中国药品生物制品检定所提供, 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 正己烷、醋酸为分析纯, 五子衍宗丸由杭州胡庆余堂制药厂提供。

## 2 方法与结果

2.1 实验色谱条件: 色谱柱: Hypersil C<sub>8</sub> 柱 ( $4.6 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$ ,  $5 \mu\text{m}$ ), 柱温: 室温 ( $15^\circ\text{C}$ ), 流

动相:乙腈-水-醋酸(70:50:0.1),流速:1.0 mL/min,检测波长:254 nm,五味子甲素、五味子乙素、五味子衍宗丸样品及阴性对照样品的色谱图见图 1。进样量均为 20  $\mu$ L。



1-五味子甲素 2-五味子乙素  
A 样品 B 阴性 C 对照品

图 1 五味子衍宗丸的 HPLC 图谱

2.2 标准曲线的制备:精密称取五味子甲素 2.33 mg,加甲醇定容至 25 mL,得对照品贮备液。精密吸取此溶液 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 5.0 mL 置于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀即得。精密称取五味子乙素 2.85 mg,加甲醇定容至 50 mL,得对照品贮备液。精密吸取此溶液 0.2, 0.4, 1.0, 2.0, 5.0 mL 置于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释到刻度,摇匀即得。

以对照品浓度 ( $C$ ,  $\mu$ g/mL) 对峰面积值 ( $A$ ) 作图,五味子甲素回归方程为  $A = -11071.52 + 21140.15C$ ,  $r = 0.9999$ ,线性范围为 4.66~46.6  $\mu$ g/mL。五味子乙素回归方程为  $A = 3863.88 + 18406.94C$ ,  $r = 0.9999$ ,线性范围为 1.14~57.0  $\mu$ g/mL,结果表明五味子甲素、五味子

乙素均呈良好线性。

2.3 样品测定:精密称取五子衍宗丸粉末(过 50 目筛)约 5 g,加正己烷 100 mL 索氏提取 6 h,取正己烷液,蒸干,加甲醇溶解,定容于 10 mL 量瓶中,摇匀,过 0.45  $\mu$ m 微孔滤膜后,进样,测定。测定结果见表 1。

表 1 五味子衍宗丸中五味子甲素、五味子乙素的含量 ( $n = 5$ )

批号	五味子甲素		五味子乙素	
	含量 ( $\mu$ g/g)	RSD (%)	含量 ( $\mu$ g/g)	RSD (%)
20001219	221.07	1.49	16.36	1.85
20001221	272.15	1.90	20.04	1.58
20001223	253.19	2.21	17.50	1.95

2.4 精密度考察:取同一浓度对照品连续 5 次进样,以峰面积计算,五味子甲素 RSD 为 1.38%,五味子乙素 RSD 为 1.49%。

2.5 稳定性考察:取一样品,每隔 2 h 进样 1 次,结果样品中五味子甲素 RSD 为 1.09%,五味子乙素 RSD 为 2.12%。取一样品,每隔一天进样 1 次,结果样品中五味子甲素 RSD 为 2.53%,五味子乙素 RSD 为 2.93% ( $n = 3$ )。

2.6 重现性考察:取同一批号五子衍宗丸各 5 份,按样品测定项下测定,五味子甲素 RSD 为 1.49%,五味子乙素 RSD 为 1.85%。

2.7 加样回收率的考察:精密称取已知含量的五子衍宗丸粉末 5 份,分别加入五味子甲素和五味子乙素适量,按样品测定项下测定,测得五味子甲素平均回收率为 98.78%,RSD 为 1.05%;五味子乙素平均回收率为 101.10%,RSD 为 3.84%。

### 3 讨论

3.1 高效液相色谱法同时测定两种有效成分,五味子甲素保留时间约为 17 min,五味子乙素保留时间约为 24 min,分离度良好。

3.2 经阴性对照实验证明,在五味子甲素和五味子乙素相应位置上无峰出现,空白样品无干扰。

3.3 本品为复方制剂,实验对样品的提取溶剂进行了考察,经 HPLC 验证,正己烷提取效果较氯仿好。

## 敬告读者

《中草药》杂志编辑部尚存部分过刊合订本,包括:1974-1975年,1976年,1979年,1985-1994年(80元/年);1995-1997年(110元/年);1998年(120元);1999年(135元);2000年(180元);2001年(200元);1996年增刊(50元);1997年增刊(45元);1998年增刊(55元);1999年增刊(70元);2000年增刊(70元);2001年增刊(70元)。欢迎来函来电订购,电话:022-27474913;022-23006821(传真)。