

HPLC 法测定复方五仁醇胶囊中五味子乙素的含量

吴陈军¹, 窦志华^{2*}

(1. 南通市药品检验所, 江苏 南通 226006; 2. 南通市第三人民医院 制剂室, 江苏 南通 226006)

复方五仁醇胶囊由五味子、北柴胡、叶下珠、三七组成, 有保护肝细胞、降低转氨酶的功效, 用于急慢性肝炎的治疗, 疗效较好。原质量标准中无专属性的质量控制指标。方中五味子为君药, 五味子乙素为其主要有效成分。为了有效控制该制剂质量, 本实验测定了其中五味子乙素的质量分数, 对该产品进行质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 Series 高效液相色谱仪; 甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。五味子乙素对照品为中国药品生物制品检定所提供, 批号: 756-200104; 复方五仁醇胶囊和缺五味子阴性对照为本院自制。

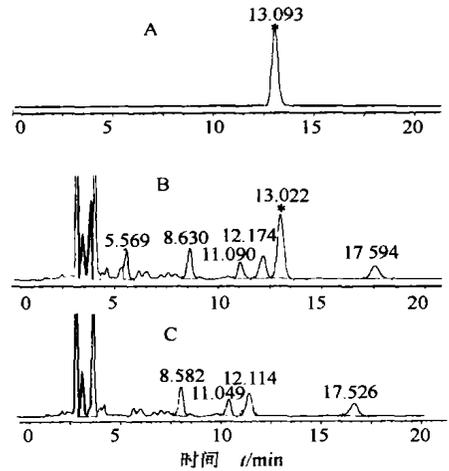
2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适用性试验: 色谱柱: Shimadzu VP-ODS 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 柱温: 40 ; 流动相: 甲醇-水(77 : 23); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 254 nm。在选定条件下, 五味子乙素峰和样品中其他组份色谱峰可达基线分离, 且与其他相邻色谱峰分离度大于 1.5, 按五味子乙素峰计算, 理论板数在 5 000 以上。色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取五味子乙素对照品 6.53 mg, 置 25 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: 精密称取供试品约 0.3 g, 置 25 mL 量瓶中, 加正己烷适量, 浸泡过夜, 超声处理 30 min, 加正己烷稀释至刻度, 摇匀。滤过, 精密量取续滤液 15 mL, 置蒸发皿中, 水浴蒸干, 残渣加甲醇溶解, 定量转移至 10 mL 量瓶中, 即得。

2.4 线性关系考察: 取质量浓度为 0.261 2 mg/mL 的五味子乙素对照品溶液, 分别精密吸取 1、2、3、4、5、6 μL 进样, 测定其峰面积值。以质量浓度为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为 $A = 396.03 C - 5.82$, $r = 0.999 9$ 。结果表明五味子乙素在 0.261 2~ 1.567 2 μg 与峰面积具有良好的线性关系。



* -五味子乙素
* -schizandrin B

图 1 五味子乙素(A)、复方五仁醇胶囊(B)和缺五味子阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of schizandrin B (A), Compound Wurenchun Capsule (B), and negative sample without Fructus Schisandroe (C)

2.5 精密度试验: 精密吸取同 1 份供试品溶液 10 μL, 重复进样 5 次, 测定五味子乙素峰面积积分值, 得 RSD 为 0.134% (n=5)。

2.6 重现性试验: 取同 1 批号样品, 制备供试品溶液, 平行制备 5 份, 进样, 测定五味子乙素峰面积积分值, 其 RSD 为 1.25% (n=5)。

2.7 稳定性试验: 精密吸取同 1 份供试品溶液 10 μL, 于 0、2、4、6、8、10、12 h 进样, 测定五味子乙素峰面积积分值, 得 RSD 为 0.98% (n=7)。结果表明: 供试品溶液在 12 h 内基本稳定。

2.8 回收率试验: 精密称取 5 份已知质量分数为 35 mg/g 的样品约 0.15 g, 分别精密加入五味子乙素对照品约 0.5 mg, 按供试品溶液的制备方法操作, 测定, 结果平均回收率为 98.22%, RSD 为 1.49% (n=5)。

2.9 样品的测定: 取 3 个批号的样品, 制备供试品溶液, 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液, 注入液

* 收稿日期: 2004-03-20

相色谱仪, 测定峰面积, 按外标法计算, 结果见表 1。

表 1 复方五仁醇胶囊中五味子乙素的质量分数测定结果 (n=5)

Table 1 Determination of schizandrin B in Compound Wurenchun Capsule (n=5)

批号	五味子乙素/(mg·g ⁻¹)	RSD/%
021118	38	0.88
021129	32	0.67
021201	35	1.25

3 讨论

3.1 样品的平均质量分数为 35 mg/g, 考虑到生产中的损耗等问题, 为保证产品质量, 暂定本品含五味子以五味子乙素计, 应不得少于 30 mg/g。

3.2 曾用甲醇、乙醇、正己烷进行提取。除甲醇提取液外, 溶剂挥干后均出现大量黄色油状物, 影响分离效果。甲醇提取液挥干后无明显油状物, 但杂质峰较多。因此选用正己烷提取, 提取液挥干后, 残留物再用甲醇溶解, 可除去油脂, 又可避免甲醇提取时多余的杂质。

HPLC 法测定野马追药材及其制剂中金丝桃苷的含量

肖晶¹, 王钢力², 林瑞超^{2*}

(1. 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所, 北京 100021; 2. 中国药品生物制品检定所, 北京 100050)

野马追为菊科泽兰属植物林泽兰 *Eupatorium lindleyanum* DC. 的全草, 属多年生草本, 药源丰富, 易于采收。野马追味苦、平, 归肝、脾经, 具有清热、解毒、祛痰定喘、降血压的功效^[1]。临床常用于治疗慢性气管炎、支气管炎、高血压病。其枝叶入药有发表祛湿、和中化湿之效, 用于劳伤咳嗽、吐血咳血以及淋浊白带、无名肿痛等。野马追片为野马追浸膏片, 具有化痰、止咳、平喘的功效, 用于治疗慢性支气管炎、痰多、咳喘等症状。

金丝桃苷是野马追有效活性成分之一, 在药材中质量分数相对较高。据报道电刺激猫的喉上神经引咳实验中, 100 mg/kg 金丝桃苷 ip 给药有止咳作用; 用小鼠喷雾法, ig 500 mg/kg 的镇咳效果不亚于 ig 可待因 80 mg/kg, ip 本品 100 mg/kg 和可待因 50 mg/kg 的 ED₅₀ 分别比对照组延长 56% 和 78%。此外还具有抗炎、抗菌、同化等作用, 具有明显的外周镇痛作用。有效的检测野马追药材中的金丝桃苷对于保证药物的临床疗效具有积极的意义。因此本实验对其中金丝桃苷进行测定, 结果表明方法操作简单、准确、重现性好。

1 仪器与材料

高效液相色谱仪: SP—8800 输液泵, SP—200 紫外检测器, SP—4400 积分仪, AT—130 柱温箱。金丝桃苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 甲醇、乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。野马追药材样品由广州安格药业有限公司提供, 采自江苏,

经中国药品生物制品检定所中药标本馆张继副主任药师鉴定, 样品标本保存在中国药品生物制品检定所标本馆。野马追片由广州安格药业有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil, KR100-5 C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-1% 冰醋酸 (16:84); 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长: 360 nm; 柱温: 室温 (25 °C); 理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于 3 000。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取金丝桃苷对照品 2.64 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 制成 0.0528 mg/mL 金丝桃苷的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 药材供试品溶液的制备: 取样研细, 精密称取 0.5 g, 置 150 mL 锥形瓶中, 加 70% 甲醇 50 mL, 超声处理 1 h, 滤过, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3.2 野马追片剂供试品溶液的制备: 取样品 25 片, 研细, 精密称取 1.0 g, 置 150 mL 锥形瓶中, 加 70% 甲醇 50 mL, 超声处理 1 h, 滤过, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系的考察: 精密称取对照品适量, 加甲醇制成 0.264 mg/mL 的溶液。精密吸取上述溶液 2、4、6、8、10 mL 于 50 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 各进样 10 μL, 按上述色谱条件测定峰面