

率和 RSD 分别为 100.1%、6.33% 和 100.9%、6.27%，基本可以满足药品生产过程中测定的要求，为中药在线检测提供参考。

References:

- [1] Blanco M, Eustaquio A, Gonzalez J M, *et al.* Identification and quantitation assays for intact tablets of 2 related pharmaceutical preparations by reflectance near-infrared spectroscopy-validation of the procedure [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2000, 22 (1): 139-148.
- [2] Blanco M. Analytical control of pharmaceutical production steps by near infrared reflectance spectroscopy [J]. *Anal Chim Acta*, 1999, 392: 237-246.
- [3] Eustaquio A. Determination of paracetamol in intact tablets by use of near infrared transmittance spectroscopy [J]. *Anal Chim Acta*, 1999, 383: 283-290.
- [4] Zhang Z C, Guan Y M, Wang J, *et al.* Determination of paeonol in Liuweidihuang Capsule by HPLC [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 1999, 10 (12): 900.
- [5] Ren Y L, Li W, Ren R X, *et al.* Analysis of sulfamethoxazole by PLS-NIR diffuse reflectance spectrophotometer [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1998, 18 (1): 30-32.
- [6] Yano T, Funatsu T. Measurement of the concentrations of glucose and citric acid in the aqueous solution of a blood anticoagulant using near infrared spectroscopy [J]. *J Near Infrared Spectrosc*, 2001, 9: 43-48.
- [7] An D K. *Selected Topics on Modern Pharmaceutical Analysis* (现代药物分析选论) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 2000.
- [8] Hu C H, Zhang J B, Xia J, *et al.* *System Analysis and Design Based on MATLAB-Wavelet Analysis* (基于 MATLAB 的系统分析与设计-小波分析) [M]. Xi'an: Xidian University Press, 2000.

五酯胶囊中五味子醇甲的 HPLC 测定

张思源

(青海医学院附属医院 药剂科, 青海 西宁 810001)

五酯胶囊为木兰科植物五味子果实中提取的木脂素衍生物精制而成, 能降低血清谷丙转氨酶, 主要用于预防肝损伤和治疗急慢性肝炎。五味子醇甲是其有效成分之一。《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 10 册中仅以五味子醇甲作对照, 对样品进行定性鉴别。本实验采用 HPLC 法对其主要有效成分五味子醇甲进行测定, 建立了五酯胶囊中五味子醇甲测定方法。本法操作简便、重现性好, 可作为该产品质量控制方法。

1 仪器与试剂

LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD-10A 紫外检测器(日本岛津), N-2000 数据处理机。五味子醇甲(批号: 0857-9601)由中国药品生物制品检定所提供。五酯胶囊(四川禾正制药有限公司)。HPLC 用甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件下系统适用性试验: 色谱柱: VP-ODS C₁₈ (150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水 (55: 45); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 250 nm; 柱温: 室温 (20 ℃); 进样量: 10 μL。在选定条件下, 五味子醇甲与相邻色谱峰分离度大于 1.5, 理论板数在 2 000 以上。

2.2 对照品溶液的制备: 取五味子醇甲对照品 16 mg, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。精密量取 25 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 制成 80 μg/mL 对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品内容物粉末(过 3 号筛)约 0.25 g 精密称定, 置 20 mL 量瓶中, 加甲醇约 18 mL, 超声处理(功率 250 W, 频率 20 Hz) 20 min, 取出, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 线性关系的考察: 精密称取 189 μg/mL 五味子醇甲对照品溶液 3.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 mL, 分别置于 50 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 各进样 10 μL, 依次注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积积分值为纵坐标, 质量为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 3.073 \times 10^5 X - 1.045 \times 10^4$, $r = 0.999 6$ 。结果表明, 五味子醇甲在 0.25~1.89 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 精密吸取 80 μg/mL 五味子醇甲对照品溶液 10 μL, 重复进样 5 次, 测定五味子醇甲峰面积, 计算得其 RSD 为 1.28%。

2.6 稳定性试验: 精密吸取供试品溶液 10 μL, 每 2 h 测定 1 次, 测定峰面积值, 计算质量分数, 结果其

RSD为1.79% ($n=5$)。表明供试品溶液在8 h内是稳定的。

2.7 重现性试验:取同一批号样品,平行制备5份供试品溶液,进样,测定,计算,结果五味子醇甲的平均质量分数为38.3 $\mu\text{g/g}$, RSD为1.32%。

2.8 回收率试验:采取加样回收法。精密称取6份质量分数为22.5 mg/g 的样品约0.25 g,分别精密加入五味子醇甲对照品约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98.6%, RSD为1.5%。

2.9 样品测定: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,注入液相色谱仪,采用外标法测定五味子醇甲的质量分数,结果见表1,色谱图见图1。

表1 五酯胶囊中五味子醇甲的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Schisandrin in Wuzhi Capsules ($n=3$)

批号	五味子醇甲/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$
1	37.8
2	39.2
3	38.5

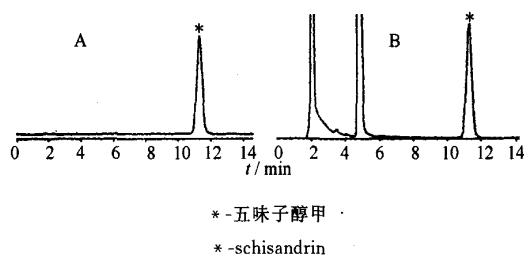


图1 五味子醇甲对照品(A)和五酯胶囊(B)HPLC图

Fig. 1 HPLC chromatograms of schisandrin reference substance (A) and Wuzhi Capsules (B)

3 讨论

3.1 流动相的选择:试验中曾以甲醇-水(28:72)、乙腈-水(26:74)、甲醇-0.3%冰醋酸(24:76)进行试验,结果五味子醇甲的分离较差。经试验摸索,以甲醇-水(55:45)为流动相,五味子醇甲与未知组分数谱峰达到较好分离,而被采用。

3.2 提取方法的选择:分别对甲醇、正己烷、氯仿提取效果进行比较,并对色谱分离情况进行了分析。结果选用甲醇为溶剂,超声处理样品,方法简便,提取效果好,溶剂毒性小。

HPLC 法测定产后康膏中芍药苷

李津海,陈双璐

(天津市儿童医院,天津 300074)

产后康膏主要由黄芪、甘草、白芍、益母草、当归等组成,具有调气补血,祛瘀生新,促进子宫修复补虚之血,健胃消食,促进食欲,协助消化吸收并有益肾滋阴之功效。用于妇女产后、流产后失血过多所致的贫血,气虚所引起的恶露不尽、头晕目眩、心悸多汗、失眠神疲、食欲不振。对于一般妇女属于气血两虚的疾病或崩漏不止亦有满意的效果。因其质量控制标准中,尚未进行定量研究,因此本实验建立芍药苷的HPLC定量测定方法,以控制产后康膏的内在质量。

1 仪器与材料

Waters 2695 高效液相色谱仪, Waters 2487 紫外检测器, Shimadzu UV-2100 紫外分光光度仪。产后康膏(天津达仁堂制药厂),芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 0736-200118);色谱纯

甲醇、乙腈,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Spherisorb ODS-2 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm);检测波长:230 nm;流动相:乙腈-水(14:86);体积流量:1.0 mL/min;进样量:10 μL ;柱温:25 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.2 对照品溶液的制备:精密称定芍药苷对照品0.5 mg,置50 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释制成含芍药苷10 $\mu\text{g/mL}$ 的对照品溶液。

2.3 提取方法的选择:依据芍药苷的性质,本实验以甲醇、50%乙醇、95%乙醇、水为提取溶剂,对加热回流提取法和超声提取法采用相同提取时间进行了对比,结果表明甲醇超声提取法的提取率最高,且操作简便,故选择了甲醇超声提取法。

2.4 供试品溶液的制备:取本品约1.5 g,精密称