

图 1 木犀草素对照品(A)、宫复康胶囊(B)、广东紫珠(C)和缺广东紫珠的阴性对照(D)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of luteolin reference substance (A), Gongfukang Capsules (B), *C. kwangtungensis* (C), and negative sample (D)

2.7 稳定性试验: 取待测制剂供试品溶液, 于 0、3、6、9、12 h 进行测定峰面积积分值, 计算得其 RSD 为 2.3%。测定结果表明, 供试品溶液在 12 h 内基本稳定。

2.8 重现性试验: 取 040102 批制剂, 提取方法等同, 按前述高效液相色谱条件重复测定样品 5 次, 木犀草素的平均质量分数为 0.279 7 mg/g, RSD 为 1.1% ($n=5$), 结果表明此法重复性良好。

2.9 加样回收率试验: 精密称取已知木犀草素 0.279 7 mg/g 的 040102 批制剂 0.125 g, 分别加入木犀草素对照品 28、35、42 μ g, 制备供试品溶液, 测定其质量分数, 计算回收率, 结果平均回收率为 96.85%, RSD 为 1.6% ($n=6$)。

2.10 测定: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L, 注入高效液相色谱仪, 测定, 按外标法计算, 结果见表 3。

3 讨论

表 3 广东紫珠及其制剂宫复康胶囊中木犀草素的测定结果

Table 3 Determination of luteolin in *C. kwangtungensis* and its preparation Gongfukang Capsules

样 品	批 号	木犀草素/(mg·g ⁻¹)
广东紫珠	药材 1	0.388
	药材 2	0.422
宫复康胶囊	040102	0.280
	040108	0.271
	040115	0.285

检测波长的选择: 根据木犀草素紫外吸收光谱图及参考文献报道^[2], 选用 350 nm 为检测波长。

流动相的选择: 曾选用甲醇-水^[3]、甲醇-磷酸盐缓冲液、乙腈-磷酸盐缓冲液、甲醇-磷酸水系统, 结果本法最终选定的甲醇-磷酸盐溶液可使木犀草素达到基线分离, 且理论板数可达 10 000 以上。

在我国分布的紫珠属植物可供药用的有 30 种, 目前的质控标准主要为以紫外分光光度法测定按芦丁计的总黄酮, 本法的制定, 为广东紫珠提供了可靠的质控方法, 为其他紫珠属药用植物的质量控制提供了极具价值的参考。

References:

- [1] Chan E C. Relaxation to flavones and flavonols in rat isolated thoracic aorta: mechanism of action and structure-activity relationships [J]. *Cardiovasc Pharmacol*, 2000, 35 (2): 326-329.
- [2] Hu B B, Jiang H D, Yang J, et al. Determination of luteolin and luteolin-7- β -D-glucoside in *Chrysanthemum morifolium* Ramat. from different collection time [J]. *J Zhejiang Univ: Med Sci* (浙江大学学报: 医学版), 2004, 33 (1): 29-32.
- [3] Liu J Q, Wu D L, Wang L, et al. Determination of luteolin-7- β -D-glucoside in *Chrysanthemum morifolium* [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2001, 23 (1): 52-53.

HPLC 法测定寐复康胶囊中五味子甲素

刘晓红

(河南省洛阳正骨医院 正骨研究所, 河南 洛阳 471002)

寐复康胶囊为医院制剂, 由五味子、酸枣仁、甘草等 15 味药组成, 其有补益心脾、宁心安神的功效, 用于心脾两虚证, 症见平素失眠多梦, 心悸气短, 头晕健忘。为控制其质量, 根据本品的功能主治, 本实验采用反相 HPLC 法测定了制剂中有效成分五味子甲素。

1 材料与仪器

寐复康胶囊及其空白样品(洛阳市第二中医院制剂室提供); 五味子甲素对照品(批号 110764-200405, 中国药品生物制品检定所), 色谱纯甲醇, 水为双蒸水, 其余均为分析纯试剂。

收稿日期: 2005-06-24

作者简介: 刘晓红(1964—), 女, 北京人, 副主任药师, 1988 年毕业于河南中医学院, 主要从事临床药学及制剂研究, 发表论文 25 篇, 专著 2 部。Tel: (0379) 63546693

Waters 液相色谱仪, 481 紫外检测器, 510 泵 (美国), Echrom98 色谱工作站 (大连依利特)。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 对照品溶液的制备: 精密称取五味子甲素对照品 2.3 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。精密量取 1 mL, 置 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得 (含五味子甲素 0.046 mg/mL)。

2.1.2 供试品溶液的制备: 取本品 10 粒 (每粒含内容物 0.5 g), 研细, 精密称取 5.000 g, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加甲醇近刻度, 超声处理 30 min, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 放置, 取上清液, 过 0.45 μm

滤膜, 即得。

2.1.3 对照药材溶液的制备: 取五味子对照药材 (批号 0922-9803, 中国药品生物制品检定所提供) 适量, 按供试品溶液的制备方法制备, 即得。

2.1.4 空白溶液的制备: 取缺五味子的空白样品, 按供试品溶液的制备方法制备, 即得。

2.2 色谱条件: C_{18} 色谱柱 (200 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm) (中国科学院大连化学物理研究所), 甲醇-水 (73 : 27) 为流动相, 体积流量 1.0 mL/min, 柱温 25 $^{\circ}\text{C}$, 检测波长为 254 nm。理论板数按五味子甲素峰计算均不应低于 5 000。在上述条件下, 五味子甲素分离良好, 空白无干扰, 见图 1。

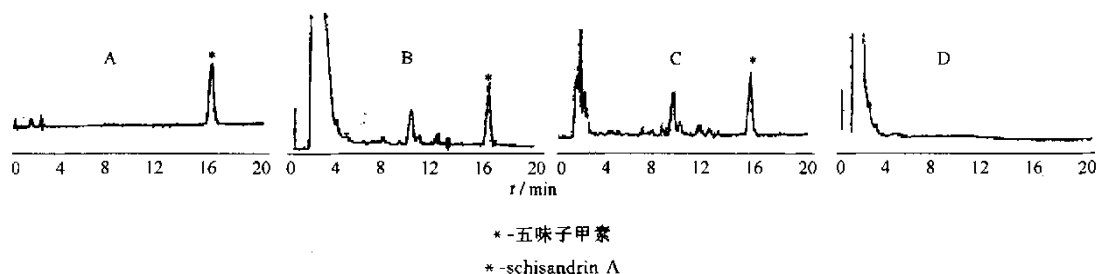


图 1 五味子甲素对照品(A)、寐复康胶囊(B)、五味子对照药材(C)和缺五味子的阴性对照(D)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of schisandrin A reference substance (A), Meifukang Capsules (B), reference crude drug (C), and negative sample (D)

2.3 线性关系考察: 取质量浓度为 0.046 mg/mL 五味子甲素对照品溶液分别进样 2.5、5、7.5、10、12.5、15 μL , 记录色谱峰面积。色谱峰面积与成分的量呈线性关系, 回归方程 $Y = 1\,893.9X - 3.5654$, $r = 0.9999$, 线性范围为 0.115 ~ 0.69 μg 。

2.4 精密度试验: 取供试品溶液, 重复进样 5 次, 测定峰面积, 结果五味子甲素峰面积的 RSD 为 1.15%。

2.5 稳定性试验: 取供试品溶液, 于 0、4、8、12、16、20、24 h 测定, 结果五味子甲素峰面积的 RSD 为 0.26%。

2.6 重现性试验: 称取样品 (批号 20031028) 2.5 g, 分 5 份, 依法分别制得供试品溶液, 分别进样测定。结果五味子甲素峰面积 RSD 为 0.45%。

2.7 回收率试验: 精密称取含五味子甲素 0.395 mg/g 样品 2.5 g, 分 5 份, 加五味子甲素对照品 0.23 mg, 制备供试品溶液, 进样测定, 结果加样回收率平均值为 102.59%, RSD 为 2.36%。

2.8 样品测定: 3 批寐复康胶囊样品, 制备供试品溶液, 依法进行测定, 结果见表 1。

3 讨论

表 1 寐复康胶囊中五味子甲素的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of contents of schisandrin A in Meifukang Capsules ($n=3$)

批号	五味子甲素/(mg · 粒 ⁻¹)
20031028	0.178
20031029	0.151
20031030	0.179

3.1 实验比较了甲醇加热回流提取或超声提取, 结果以超声提取简便、效果最好、杂质少, 其中又以超声 30 min 五味子甲素峰面积最高。

3.2 测定波长选定: 参考《中国药典》2005 年版五味子及南五味子项下, 本实验的测定波长选定为 254 nm。

3.3 流动相的选定: 参考《中国药典》2005 年版五味子及南五味子项下的流动相以及文献报道^[1,2] 流动相, 进行试验, 结果以流动相甲醇-水 (73 : 27) 较好, 分离度达到 1.5 以上。

References:

- [1] Miao M S, Li Z G. *Modern Practical TCM Quality Control Techniques* (现代实用中药质量控制技术) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2000.
- [2] Wang M Z. *HPLC Analysis of Chinese Traditional and Herbal Drugs in Common Use* (常用中草药高效液相色谱分析) [M]. Beijing: Science Press, 1999.