

HPLC 法测定利肺片中五味子醇甲

乔艳玲, 卢海霞, 陈天炎

(吉林省食品药品检验所, 吉林 长春 130033)

利肺片收载于《中华人民共和国药品标准》中药成方制剂第 11 册, 由五味子、白芨、枇杷叶、牡蛎、百部、甘草等 9 味中药组成的复方制剂, 具有驱痰补肺、镇咳祛痰之功效, 对于肺癆咳嗽、咯痰、咯血、气虚哮喘、慢性气管炎有很好的疗效。其中五味子为君药, 主要含有联苯环辛烯类物质, 如五味子甲素、乙素、丙素, 五味子醇甲、醇乙以及五味子酯甲、乙、丙、丁、戊; 还含有挥发油, 主要为单萜类、倍半萜类、十一烷酮等; 其他尚含有机酸、维生素 A、维生素 E 及多糖等。五味子醇甲是五味子中主要活性成分之一, 因此, 本实验建立了 HPLC 法测定利肺片中五味子醇甲方法, 结果表明, 该方法简便、准确, 可用于该制剂中五味子醇甲的测定。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10T 全自动液相色谱仪, 岛津 SPD-10A 紫外检测器, Class-vp 色谱工作站; 五味子醇甲对照品(供定量测定用, 中国药品生物制品检定所提供, 批号 110857-200507); 乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 检测波长的确定: 取五味子醇甲对照品溶液于紫外分光光度计在 200~500 nm 波长进行扫描, 结果在 250 nm 波长处有最大吸收, 故选定检测波长为 250 nm。

2.2 色谱条件: 色谱柱: Kromasil-C₁₈ 柱 (250 nm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.5% 磷酸溶液 (45:55) (pH 2.1~2.3); 体积流量: 0.8 mL/min; 检测波长: 250 nm; 柱温: 30 °C。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取五味子醇甲对照品适量, 加甲醇制成 25 μg/mL 的溶液, 即得。

2.4 供试品溶液的制备: 取本品 20 片, 除去糖衣, 精密称定, 研细, 精密称取 5 g, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇约 50 mL, 超声处理 50 min, 滤过, 药渣再用少量甲醇洗涤, 洗液并入滤液中, 滤液蒸干, 残渣加水 20 mL, 超声处理 30 min 使溶解, 溶液移至分液漏斗中, 用乙醚振摇提取 5 次(第 1、2 次分别用 30

mL, 第 3、4、5 次分别用 20 mL), 合并乙醚液, 蒸干, 残渣用甲醇溶解并移至 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.5 阴性对照溶液的制备: 按本品的处方、制法制备缺少五味子的样品, 按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.6 空白试验: 取五味子醇甲对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液分别注入液相色谱仪, 进行测定, 见图 1。可见供试品溶液和对照品溶液在相应保留时间位置上出现相似峰, 而阴性对照则无明显其他峰出现。

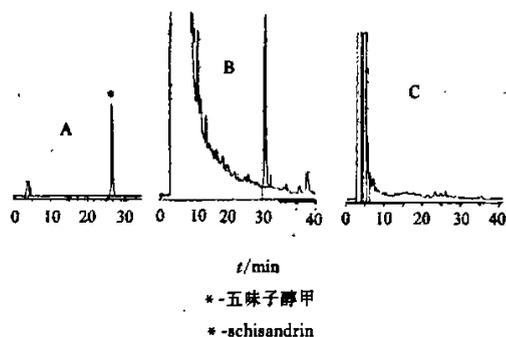


图 1 五味子醇甲对照品(A)、利肺片(B)和阴性溶液(C)的 HPLC 图谱

Fig.1 HPLC Chromatograms of schisandrin reference substance (A), Lifei Tablets (B), and negative solution (C)

2.7 标准曲线的制备: 精密称取五味子醇甲对照品 13.68 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量溶解并稀释至刻度, 再精密量取 1.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 得 27.36 μg/mL 五味子醇甲对照品溶液。分别取 3、6、9、12、15 μL 进样测定, 记录峰面积。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 制备标准曲线, 得回归方程 $Y = 3656.8661 + 3428718.805X$, $r = 1.000$ 。结果显示五味子醇甲在 0.082 08~0.410 4 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.8 精密度试验: 取 0.027 36 mg/mL 五味子醇甲对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10 μL, 测定峰面

积,计算得其 RSD 为 0.25%。

2.9 稳定性试验:精密吸取供试品溶液,分别于 0、4、8、12、24 h 测定五味子醇甲峰面积,结果其 RSD 为 0.97%,表明供试品溶液在制备后 24 h 内较稳定。

2.10 重现性试验:取批号为 20040608 样品 5 份,精密称定,分别制备供试品溶液,进样测定,计算得五味子醇甲的平均质量分数为 58.32 $\mu\text{g/g}$,RSD 为 2.86%。

2.11 回收率试验:取批号为 20040608 的样品 2.5 g,共 6 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入 1 mL 27.36 $\mu\text{g/mL}$ 五味子醇甲对照品溶液,制备供试品溶液,进行测定,计算得平均回收率为 99.7%,RSD 为 2.14%。

2.12 样品测定:取 6 批样品,制备供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL ,注入液相色谱仪,采用外标法计算五味子醇甲的质量分数,结果见表 1。考虑到五味子药材中五味子醇甲量的差异,故将样品中定量限度定为本品每片以五味子醇甲计不得少于 17 μg 。

3 讨论

曾采用《中国药典》2005 年版一部收载的五味子项下的流动相甲醇-水(13:7),结果五味子醇甲峰与其他峰分离度不好,相互干扰;经试验采用乙腈-0.5%磷酸溶液(45:55),(pH 2.1~2.3)为流动相时供试品溶液主峰与其他峰分离好,峰形也好。

表 1 利肺片中五味子醇甲的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of schisandrin in Lilei Tablets (n=3)

批号	五味子醇甲/ ($\mu\text{g}\cdot\text{片}^{-1}$)	批号	五味子醇甲/ ($\mu\text{g}\cdot\text{片}^{-1}$)
20040608	18.0	20040202	20.3
20040101	17.2	20040203	19.2
20040102	17.6	20040204	16.8

供试品溶液制备的提取方法曾试验用《中国药典》2005 年版一部收载的五味子项下的制备方法,采用甲醇超声 50 min,结果制得的供试品溶液相关物质多,五味子醇甲峰与其他峰分不开,有干扰;后经试验,采用甲醇超声处理,滤过,滤液蒸干,残渣用水超声处理溶解,再用乙醚提取,除去大部分相关物质,五味子醇甲峰与其他物质峰分离效果好,分离度符合要求,无干扰。

欢迎订阅《中草药》杂志 1996—2006 年增刊

为了扩大学术交流,提高新药研究水平,经国家科技部同意,我部从 1996 年起,每年出版增刊一册。

1996 年第 27 卷增刊 特邀了国内知名专家就中药新药研究的方向、法规及如何与国际接轨等热点问题撰文阐述,并有反映国内中药化学、药理、分析、制剂、药材、临床方面的科研论文和有关综述性文章共 128 篇。

1997 年第 28 卷增刊 包括紫杉醇的化学成分、提取工艺及组织培养等方面的科研论文,并特邀国内从事紫杉醇研究的知名专家撰写综述文章,充分反映了紫杉醇研究方面的新成果、新进展和新动态。共收载论文 92 篇。

1998 年第 29 卷增刊 以当今国际研究的热点银杏叶为专论重点,包括银杏叶的化学成分、提取工艺、质量控制、药理作用及临床应用等方面,充分反映了国内银杏叶开发研究方面的新成果、新进展和新动态。共收载论文 80 篇。

1999 年第 30 卷增刊 为“庆祝《中草药》杂志创刊 30 周年”会议论文集,特邀中国工程院院士、国家药品监督管理局药品评审中心及知名专家就中药新药研究热点问题撰写了综述文章。共收载论文 160 篇。

2000 年第 31 卷增刊 以“中药新理论、新剂型、新工艺和新技术”为主要内容,共收载论文 112 篇。

2001 年第 32 卷增刊 特邀了中国工程院院士、专家就加快中药现代化的进程,我国人世后中药产业的发展新对策及西部药用植物资源的保护、开发和利用等撰写综述文章。共收载论文 140 多篇。

2002 年第 33 卷增刊 以“中药现代化”和“中药指纹图谱”为主要内容,收载论文 107 篇。

2003 年第 34 卷增刊 包括中药创新药物开发的思路和方法;中药现代化研究;有关中药知识产权保护和中药专利的申请等内容,共收载论文 176 篇。

2004 年第 35 卷增刊 以“新技术在中药现代化中的应用”为主要内容,共收载论文 120 篇。

2005 年第 36 卷增刊 以中药现代化和中药走向国际等热点为主要内容,共收载论文 150 余篇。

2006 年第 37 卷增刊 以药理会议专栏及中药现代化和国际化,包括药材资源种植和可持续利用、提取工艺技术、质量控制、疗效评价、中药理论和中药产业管理现代化等方面内容,共收载论文 135 篇,摘要 88 篇。

以上各卷增刊选题广泛、内容新颖、学术水平高、科学性强,欢迎广大读者订阅。以上增刊为我部自办发行,邮局订阅《中草药》不含增刊,但能提供订阅凭证者,购买增刊 7 折优惠,款到寄刊。

地址:天津市南开区鞍山西道 308 号 邮编:300193

网址:www.tjipr.com

电话:(022)27474913 23006821

传真:(022)23006821

E-mail:zcyzjb@sina.com

HPLC法测定利肺片中五味子醇甲

作者: [乔艳玲](#), [卢海霞](#), [陈天炎](#)
作者单位: [吉林省食品药品检验所, 吉林, 长春, 130033](#)
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2007, 38 (11)
被引用次数: 1次

引证文献(1条)

1. [杨小月](#), [丁海](#), [邹元](#) [安神静心胶囊的质量标准研究](#)[期刊论文]-[中国药师](#) 2011 (8)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200711027.aspx