

HPLC 法测定五子衍宗片中五味子醇甲

宋英姬

(吉林省建筑工程学院, 吉林 长春 130000)

五子衍宗片收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第3册,由五味子(蒸)、车前子(盐水炙)、枸杞子、覆盆子、菟丝子组成,具有补肾益精之功效,用于肾虚腰痛,尿后余沥,遗精早泄,阳痿不育。其中五味子为君药,主要含有五味子甲素、乙素、丙素、醇甲(五味子素)、醇乙以及酯甲、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,尚含有有机酸、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法测定五子衍宗片中五味子醇甲的方法,结果表明,该方法简便、准确,可用于该制剂的控制。

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;五味子醇甲为对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号 110857-2005507);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:色谱柱为 Kromasil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.5%磷酸溶液(45:55, pH 值为 2.1~2.3);体积流量:0.8 mL/min;检测波长:250 nm;柱温:30℃。

2.3 对照品溶液的制备: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,加甲醇到刻度,摇匀,即得。

2.4 供试品溶液的制备:取本品 40 片,除去糖衣,精密称定,研细,精密称取 6.5 g,置 50 mL 量瓶中,加甲醇约 40 mL,超声处理 40 min,取出,放冷加甲醇至刻度,摇匀,滤过,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模拟样品,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。结果对照品溶液中相应峰在供试品溶液中出现,而阴性对照液在五味子醇甲出峰处不干扰,见图 1。

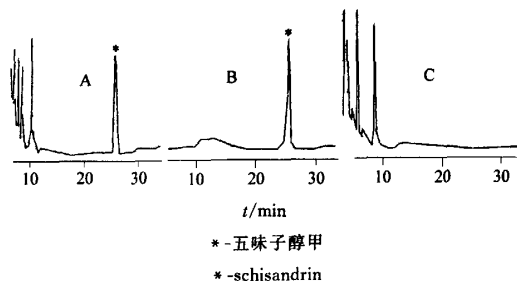


图1 五子衍宗片(A)、五味子醇甲对照品(B)和阴性溶液(C)的HPLC图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of Wuzi Yanzong Tablets (A) schisandrin reference substance (B), and negative sample (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,加甲醇到刻度,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 $Y = 3\,657 + 3\,428\,719 X$, $r = 1.000$ 。结果显示五味子醇甲在 82.08~410.4 ng 与峰面积呈良好的线性关系。

2.8 精密度试验:取 27.36 mg/mL 五味子醇甲对照溶液,连续进样 5 次,每次 10 μL,测得峰面积,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 0.37%,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 20040201 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 159.3 μg/g, RSD 为 2.32%。

2.11 回收率试验:取批号为 20040201 折样品适量,共 6 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别加精密入 1 mL 683.8 $\mu\text{g/mL}$ 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 99.5%,RSD 为 2.28%。

2.12 样品测定:取 10 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。

3 讨论

本品制得的供试品溶液曾采用《中国药典》2005 年版一部收载的五味子测定项下的流动相甲醇-水

表 1 五子衍宗片中五味子醇甲的测定结果

Table 1 Determination of schisandrin in Wuzi Yanzong Tablets

批 号	五味子醇甲 ($\mu\text{g} \cdot \text{片}^{-1}$)	批 号	五味子醇甲 ($\mu\text{g} \cdot \text{片}^{-1}$)
20040302	40.2	20040405	48.9
20040201	50.1	20040408	45.3
20040307	59.3	20040308	57.6
20040202	54.1	20040310	60.6
20040403	42.6	20040311	62.3

(13:7),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 值为 2.1~2.3)为流动相供试品溶液主峰与其他峰分离较好。

柱前衍生-异硫氰酸苯酯法测定宁心宝胶囊中水解氨基酸

王 棘^{1,2},毕开顺¹

(1. 沈阳药科大学药学院,辽宁 沈阳 110016; 2. 辽宁省食品药品检验所,辽宁 沈阳 110023)

宁心宝胶囊为新鲜冬虫夏草中分离得到的麦角菌科真菌虫草头孢 *Cephalosporium sinensis* Chen sp. Nov 经液体深层发酵所得菌丝体的干燥粉末制成的胶囊,具有提高窦性心率,改善窦房结、房室传导功能,改善心脏功能的作用,用于多种心律失常,房室传导阻滞,难治性缓慢型心律失常传导阻滞^[1]。现行标准规定了甾体化合物和氨基酸两项定性鉴别,并以每粒含氮量作为定量指标。随着大量虫草菌丝体发酵产品被开发,人工虫草产品中化学成分的整体水平接近于虫草子实体,水解后氨基酸的种类和数量也能从一个方面反映其质量优劣,这对确保其疗效是非常重要的^[2]。为了准确反映产品的内在质量,有必要对宁心宝胶囊水解得到的氨基酸进行研究。本实验建立了柱前衍生 RP-HPLC 法测定宁心宝胶囊中 16 种水解氨基酸,实验结果表明,本方法简便、快速、准确。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10AD 高效液相系统,包括 SCL-10A_{VP} 控制器 LC-10AD_{VP} 泵,SPD-10A_{VP} 紫外检测器,SIL-10AD_{VP} 自动进样器,CTO-10A_{VP} 柱温箱,LC Solution 色谱工作站。

16 种氨基酸门冬氨酸(aspartic acid, Asp)、谷

氨酸(glutamic acid, Glu)、丝氨酸(serine, Ser)、甘氨酸(glycine, Gly)、组氨酸(histidine, His)、精氨酸(arginine, Arg)、苏氨酸(threonine, Thr)、丙氨酸(alanine, Ala)、脯氨酸(praline, Pro)、酪氨酸(tryptophan, Tyr)、缬氨酸(valine, Val)、蛋氨酸(methionine, Met)、异亮氨酸(isoleucine, Ile)、亮氨酸(leucine, Leu)、苯丙氨酸(phenylalanine, Phe)、赖氨酸(lysine, Lys)对照品(批号 624-200104,质量分数>98%,中国药品生物制品检定所)。异硫氰酸苯酯(批号 20020801,亭新化工试剂厂),乙腈为色谱纯,三乙胺、正己烷、乙酸钠均为分析纯,水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:Kromasil C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:A(0.1 mol/L 乙酸钠水溶液)、B 乙腈-水(4:1),梯度洗脱:0~15 min,0~7%B;15~25 min,7%~23%B;25~35 min,23%~33%B;35~40 min,33%~100%B;检测波长:254 nm;体积流量:1.0 mL/min;柱温:36 $^{\circ}\text{C}$;自动进样,进样量 3 μL 。

2.2 样品处理:精密称取宁心宝胶囊内容物 250 mg,置 25 mL 水解罐中,加 6 mol/L 盐酸溶液 15 mL,充 N₂,于 110 $^{\circ}\text{C}$ 水解 12 h,取出放冷,水解液倒

收稿日期:2007-12-06

作者简介:王 棘(1977—),女,辽宁沈阳人,主管药师,硕士研究生,1999 年毕业于沈阳药科大学药物制剂专业,从事生化药物分析。
Tel:13674279842 E-mail: nebula_sea@hotmail.com

HPLC法测定五子衍宗片中五味子醇甲

作者: [宋英姬](#)
作者单位: [吉林省建筑工程学院, 吉林, 长春, 130000](#)
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2008, 39(7)
被引用次数: 2次

本文读者也读过(10条)

1. [张振](#), [袁牧](#), [付晓钟](#) 1-(2-羟基苯基)哌嗪氢溴酸盐的合成[期刊论文]-[贵州化工](#)2001, 26(2)
2. [张存莉](#), [盛义保](#), [童普升](#), [杜宝山](#) 掌叶覆盆子与其伪品山莓果实有效成分的比较研究[期刊论文]-[西安联合大学学报](#)2001, 4(4)
3. [刘成梅](#), [郭孝平](#), [刘伟](#), [LIU Cheng-mei](#), [GUO Xiao-ping](#), [LIU Wei](#) 覆盆子超微粉体溶出特性的研究[期刊论文]-[食品科技](#)2008, 33(1)
4. [倪峰](#), [商海霞](#), [严鸣乐](#), [施小新](#), [杨凯](#), [NI Feng](#), [SHANG Hai-Xia](#), [YAN Ming-Le](#), [SHI Xiao-Xin](#), [YANG Kai](#) (士)-盐酸阿朴咖啡的合成[期刊论文]-[中国医药工业杂志](#)2006, 37(8)
5. [都晓伟](#), [孙晖](#), [吴军凯](#) 黑水缬草挥发油的提取方法及其化学成分研究[期刊论文]-[中草药](#)2008, 39(1)
6. [刘向前](#), [李尚玟](#), [李钟泌](#), [张晓丹](#), [崔贤植](#), [陆昌洙](#) 荆芥不同部位挥发油成分研究[期刊论文]-[中草药](#)2008, 39(10)
7. [周黎丽](#), [周鸣强](#), [吴贝](#), [邓勇](#), [ZHOU Li-li](#), [ZHOU Ming-qiang](#), [WU Bei](#), [DENG Yong](#) 重酒石酸利斯的明的合成[期刊论文]-[中国医药工业杂志](#)2007, 38(5)
8. [朱会霞](#), [孙金旭](#), [魏淑珍](#), [王敏](#), [郝利民](#) 覆盆子保健啤酒的研制[期刊论文]-[食品工业科技](#)2007, 28(10)
9. [刘长欢](#), [俞雄](#), [袁哲东](#), [LIU Chang-huan](#), [YU Xiong](#), [YUAN Zhe-dong](#) 氢溴酸达非那新的合成[期刊论文]-[中国医药工业杂志](#)2007, 38(12)
10. [丁镇](#), [张德志](#), [DING Zhen](#), [ZHANG De-zhi](#) 脱甲基制备大黄素的方法比较[期刊论文]-[广东药学院学报](#)2007, 23(1)

引证文献(2条)

1. [王或丽](#), [戴德雄](#) 高效液相色谱法测定四神片中五味子醇甲[期刊论文]-[中草药](#) 2010(3)
2. [洪健](#) HPLC法测定调补肺肾胶囊中五味子醇甲的含量[期刊论文]-[安徽医药](#) 2010(12)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200807024.aspx