

HPLC法测定生脉注射液和注射用生脉中五味子醇甲

白 晶,于治国*

(沈阳药科大学药学院,辽宁 沈阳 110016)

摘 要:目的 建立生脉注射液和注射用生脉中五味子醇甲的测定方法。方法 采用反相高效液相色谱法。色谱柱:Kromasil C₁₈色谱柱(250 mm ×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(50:50);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:218 nm;柱温:25℃;进样量:10 μL。结果 五味子醇甲线性范围为2.98~29.8 μg/mL ($r=0.999\ 6$),生脉注射液和注射用生脉中五味子醇甲的平均回收率分别为98.9%、98.2%,RSD分别为0.79%、1.1% ($n=9$)。结论 本法操作简便、结果准确,适合这两种制剂中五味子醇甲的测定。

关键词:生脉注射液;注射用生脉;五味子醇甲;高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2009)05-0742-02

生脉注射液和注射用生脉是由古方生脉散改变工艺制成的中药制剂,处方由红参、麦冬、五味子组成,具有益气养阴、复脉固脱之功效,用于气阴两亏,脉虚欲绝的心悸、气短、四肢厥冷、汗出、脉欲绝及心肌梗死、心源性休克、感染性休克等。本实验采用高效液相色谱法测定五味子醇甲,为完善两者的质量标准提供方法依据。

1 仪器与试剂

日本岛津公司液相色谱仪(SPD-10A_{VP}紫外检测器,SCL-10A_{VP}系统控制器,LC-10AT_{VP}二元泵,Anastar色谱工作站);Mettler AE 240分析天平。

五味子醇甲对照品购自中国药品生物制品检定所,批号:0857-200304;水(二次重蒸水),乙腈(色谱纯),生脉注射液由四川省宜宾五粮液集团宜宾制药有限公司提供,批号:041202、041204、041205;注射用生脉(自制,批号:051002、051004、051011)。

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:乙腈-水(50:50);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:218 nm;柱温:25℃;进样量:10 μL。理论板数按五味子醇甲计算不低于9 000,五味子醇甲与相邻峰分离度大于2。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取五味子醇甲对照品1.49 mg,置50 mL量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,即得(质量浓度为29.8 μg/mL)。

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 生脉注射液供试品溶液的制备:取生脉注射液1支,精密吸取10 mL至蒸发皿中,蒸干后用流

动相溶解,并定容于10 mL量瓶中,摇匀,经0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.3.2 注射用生脉供试品溶液的制备:取注射用生脉5支,用水溶解并定容于50 mL量瓶中,精密吸取10 mL至蒸发皿中,蒸干后用流动相溶解并定容于10 mL量瓶中,摇匀,经0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.3.3 阴性溶液的制备:各自按处方比例制备缺五味子的阴性样品,同法制成缺五味子的阴性溶液。

2.4 专属性试验:吸取阴性溶液10 μL进样,在上述色谱条件下进行HPLC分析,见图1。结果表明两处方中其他成分与辅料对测定均无干扰。

2.5 线性关系考察:分别精密量取29.8 μg/mL五味子醇甲对照品溶液1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL,分置10 mL量瓶中,用流动相稀释至刻度。在上述色谱条件下,分别进样10 μL,记录峰面积。以峰面积(Y)对质量浓度(X)进行回归计算,回归方程为 $Y=63\ 813\ X+3\ 131$, $r=0.999\ 6$ 。结果表明五味子醇甲在2.98~29.8 μg/mL与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验:精密吸取29.8 μg/mL五味子醇甲对照品溶液,在上述色谱条件下重复进样5次,计算得五味子醇甲峰面积的RSD为0.75%。

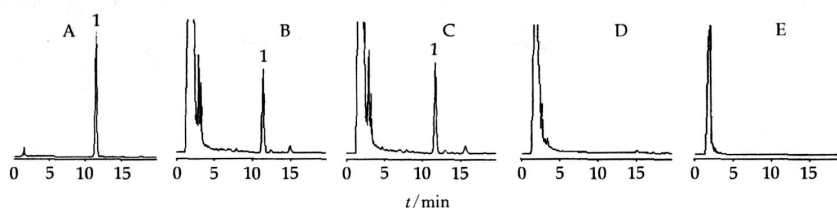
2.7 重现性试验:分别取同一批号的生脉注射液和注射用生脉样品5份,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进行HPLC分析,计算得五味子醇甲峰面积的RSD为1.90%、1.7%。

2.8 稳定性试验:取生脉注射液和注射用生脉分别制备供试品溶液,在室温下于0、1、2、4、8、12 h进

* 收稿日期:2008-08-15

作者简介:白 晶(1980—),女,黑龙江人,硕士研究生,研究方向为中药质量控制。Tel:(0451)84866922 E-mail: baijing0308@163.com

* 通讯作者 于治国 Tel:(024)23986295 E-mail: zhiguoyu@163.com



1-五味子醇甲

1-schizandrol A

图 1 五味子醇甲对照品(A)、生脉注射液(B)、注射用生脉(C)、生脉注射液阴性样品(D)及注射用生脉阴性样品(E)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of schizandrol A reference substance (A), Shengmai Injection (B), Shengmai Powder for Injection (C), blank sample of Shengmai Injection (D), and blank sample of Shengmai Powder for Injection (E)

样。结果表明,供试品溶液在 12 h 内稳定性良好,五味子醇甲峰面积的 RSD 分别为 1.3%、1.5%。

2.9 回收率试验:分别取批号 041204 生脉注射液和批号 051002 注射用生脉各 9 份,分别精密加入适量五味子醇甲对照品溶液,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进行 HPLC 分析,测定五味子醇甲,计算回收率。结果生脉注射液和注射用生脉中五味子醇甲的平均回收率分别为 98.9%、98.2%,RSD 分别为 0.79%、1.1%。

2.10 样品测定:分别取生脉注射液和注射用生脉样品 3 批,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进样分析,按外标法测定并计算,结果见表 1。

3 讨论

取五味子醇甲对照品溶液在紫外分光光度计上扫描,测得最大吸收波长为 218 nm,并与文献报道^[1]的检测波长(254 nm)进行了比较,结果以 218 nm 作为检测波长,方法灵敏度提高 3 倍。

表 1 生脉注射液和注射用生脉中五味子醇甲的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of schizandrol A in Shengmai Injection and Shengmai Powder for Injection (n=3)

制 剂	批 号	五味子醇甲/(mg·支 ⁻¹)	RSD/%
生脉注射液	041202	0.183	1.3
	041204	0.177	1.2
	041205	0.179	0.8
注射用生脉	051002	0.161	0.7
	051004	0.165	0.9
	051011	0.162	1.2

通过对 5 批市售五味子药材的测定,表明本方法同样适用于五味子药材中五味子醇甲的测定,方法简便、准确。

参考文献:

- [1] 石雪萍,蒋婉娟. HPLC 测定生脉注射液中五味子醇甲的含量[J]. 中成药,2000,22(8):580

RP-HPLC 法测定芎菊上清丸中黄芩苷

冯 波,施春玲*,郝乘仪,郭淑英
(吉林医药学院药学院,吉林 吉林 132013)

摘 要:目的 建立芎菊上清丸中黄芩苷的测定方法,以控制该制剂的质量。方法 采用 HPLC 法测定芎菊上清丸中黄芩苷的量。SHIM-PACK VP-ODS 色谱柱(150 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-水-冰乙酸(40:60:1);体积流量:1.0 mL/min;柱温:30℃;检测波长:280 nm。结果 黄芩苷在 3.04~30.4 μg/mL 线性关系良好,平均回收率为 99.6%,RSD 为 1.86%。结论 本方法简便、快速、准确,可为芎菊上清丸质量提供依据。

关键词:芎菊上清丸;黄芩苷;高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2009)05-0743-03

* 收稿日期:2008-12-03

作者简介:冯 波(1966—),男,辽宁本溪人,副教授,硕士生导师,1989年毕业于第二军医大学药学院,2000年获沈阳药科大学药剂专业硕士学位,主要从事天然药物中活性物质的研究。Tel:(0432)4560529 E-mail:fengbo2@sina.com

* 吉林医药学院 2008 届药学本科毕业生