

高效液相色谱法测定静心片中五味子醇甲的含量

王文博, 李国华, 江德盛(浙江大德药业集团有限公司, 浙江 义乌 322000)

摘要:目的 采用高效液相色谱法测定静心片中五味子醇甲的含量。方法 样品以甲醇提取; Hypersil ODS₂ 柱, 流动相为甲醇-水(60:40), 检测波长 217nm。结果 空白试验阴性无干扰, 平均回收率 101.10%, RSD 为 1.9%。结论 本法简便可行, 重现性好, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 静心片; 五味子醇甲; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2005)09-0863-02

Determination of SchizandrolA in Jingxin tablet by HPLC

WANG Wen-bo, LI Guo-hua, JIANG De-sheng(*Zhejiang Dade Pharmaceutical Group Co., Ltd. Zhejiang Yiwu 322000, china*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the concentration of SchizandrolA in Jingxin tablet by HPLC. **METHODS** Sample of Jingxin tablet were extracted with methanol; The HPLC system consists of Hypersil ODS₂ column, mobile phase of methanol-water (60:40) mixture, with detection at 217nm, flow rate 1.0 mL·min⁻¹. **RESULTS** No interference peak from the blank test was found. The average recovery rate was 101.10%, and RSD was 1.9%. **CONCLUSION** This established method is simple, feasible and reproducible. It can be used for the quality control of Jingxin tablet.

KEY WORDS: Jingxin tablet; SchizandrolA; HPLC

静心片由五味子、制何首乌、首乌藤、酸枣仁、远志、琥珀、地黄、牡丹皮等八味中药组成,经提取浓缩制成,为我公司在研中药制剂,主治神经衰弱、失眠健忘、烦躁不安等症。方中五味子具补肾宁心、益气生津作用,为方中主药,含五味子素、五味子醇等成份^[1],中成药中五味子醇甲的含量测定方法已有报道^[2,3],但静心片同类方剂的报道较少,本研究建立了静心片中五味子醇甲的含量测定方法。

1 仪器与试剂

Agilent-1100 型高效液相色谱仪。五味子醇甲对照品(由中国药品生物制品检定所提供,批号 110857-200304,供含量测定用)。甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余为分析纯。静心片样品(011201、011202、020101,规格 0.4g)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Hypersil ODS₂ 柱(200×4.6mm, 5μm); 检测波长: 217nm; 流动相: 甲醇-水(60:40)。

2.2 样品溶液的制备 取静心片 20 片,精密称定,研细,取 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25mL,称重,超声处理 20min,放冷,称重,用甲醇补足减失重量,摇匀,微孔滤膜(0.45μm)滤过,取续滤液,即得。对照品液为五味子醇甲的甲醇溶液。

在此色谱条件下,对照品溶液、供试品溶液各进样 10μL,供试品中的五味子醇甲与其他杂质峰基本能达到基线分离。

2.3 线性关系 精密量取五味子醇甲对照品溶液(31.32μg/mL) 1.0、2.0、5.0、8.0、10.0、15.0μL 注入液相色谱仪,测定峰面积 Y,以进样量(ng)为横坐标,峰面积为纵坐标,作线性回归,得回归方程: $Y = 6.4890X - 9.1508$, $r = 0.9999$,结果显示进样量在 31~479ng 范围内有良好的线性关系。

2.4 空白试验 取缺五味子样品按供试品溶液测定法测定,表明空白样品对测定结果无干扰。

2.5 精密度试验 取供试品溶液(011202),重复进样 6 次,

测定峰面积,结果 RSD 为 0.9% ($n=6$)。

2.6 稳定性试验 取供试品溶液,按以上色谱条件,于 0、4、8、12、16、28h 各进样 1 针,测定峰面积,结果 RSD 为 0.9%,显示供试品溶液至少在 28 小时内稳定。

2.7 重复性试验 精密称取样品(批号: 011202) 6 份,提取,测定结果五味子醇甲的平均含量为 0.576mg/g, RSD = 1.3% ($n=6$)。

2.8 加样回收试验 精密称取已知含量样品(批号: 011202) 6 份,精密加入不同浓度的五味子醇甲对照品适量,提取,测得峰面积并计算含量,结果显示平均回收率为 101.10%, RSD = 1.9%。

2.9 样品测定 对 3 批样品进行测定,每片分别为 0.232、0.246、0.266mg。

3 讨论

3.1 本研究中曾对甲醇-水(65:35)和甲醇-水(60:40)两种流动相进行比较,结果后者分离效果较好,故采用后者。并进行了甲醇、乙醇及 60% 乙醇三种提取溶剂的比较,经试验比较,三种提取溶剂提取效率相仿,但稀乙醇提取杂质较多,采用甲醇作溶剂比乙醇柱效较高,故选择甲醇作为提取溶剂。

3.2 本试验用 HPLC 法对五味子醇甲进行测定,方法简单,分离度好,操作方便,可为制定统一质量标准提供参考。

参考文献

- [1] 苗明山,李振国. 中药质量控制技术[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2000: 199.
- [2] 陈志林,贾梅林,谢华. HPLC 法测定五仁醇胶囊中五味子醇甲的含量[J]. 药物分析杂志, 2003, 23(3): 230.
- [3] 吴晓凤,陈虹,赵志茹. HPLC 法测定生脉饮中五味子醇甲的含量[J]. 中国中药杂志, 2003, 28(1): 39.

收稿日期: 2005-02-11