

HPLC 法测定生脉饮中五味子醇甲的含量

吴晓凤, 陈虹, 赵志茹

(武警医学院, 天津 300162)

[摘要] 目的:测定生脉饮中五味子醇甲的含量。方法:样品减压蒸干,用乙酸乙酯超声提取,提取液过滤,蒸干。残渣用甲醇溶解后,经高效液相色谱仪测定。PHENOMENEX C_{18} 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μ m),流动相乙腈-甲醇-水(15:15:10),柱温 30 $^{\circ}$ C,检测波长 254 nm。结果:生脉饮中五味子醇甲与其他成分良好分离。五味子醇甲的保留时间为 7.10 min,线性范围 0.2~2.0 μ g, $r=0.9996$,平均回收率为 100.5%,RSD 为 2.84%。结论:本法灵敏度高,操作简便,结果准确,可用于生脉饮五味子醇甲的含量测定。

[关键词] 生脉饮;五味子醇甲;HPLC

[中图分类号] R 283.6;R 284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1001-5302(2003)01-0039-02

生脉饮口服液由人参、五味子、麦冬组成,经 60%乙醇渗滤提取浓缩制成。具有益气生精,敛阴止汗的功效,用于气阴两虚,心悸气短,脉微自汗等症。《中国药典》2000 年版仅规定生脉饮中人参二醇、人参三醇的定性方法,未规定其定量方法。中成药中五味子醇甲的含量测定方法已有报道^[1-3],但生脉饮中五味子有效成分含量测定方法报道较少。生脉饮中五味子具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心的作用,在方中发挥重要作用。本研究建立了 HPLC 测定生脉饮中五味子醇甲含量的方法。

1 仪器和试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪,SPD-10A 紫外可见检测器,FA1004 分析天平(上海天平仪器厂);五味子醇甲对照品(中国药品生物制品检定所);甲醇、乙腈(天津四友)均为色谱纯;对照品储备液为含五味子醇甲 250 μ g·mL⁻¹;生脉饮样品(天津达仁堂制药厂,批号 010110,010906,010502)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

PHENOMENEX C_{18} 柱(4.6 mm×250 mm,5 μ m),流动相乙腈-甲醇-水(15:15:10),柱温 30 $^{\circ}$ C,检测波长 254 nm;进样量 15 μ L,流速 1 mL·min⁻¹。

2.2 样品溶液的制备

取生脉饮,精密吸取 10 mL,置 100 mL 茄形瓶中,减压蒸干,准确加乙酸乙酯 25 mL×3 次,超声提

取 10 min,合并提取液,滤过,减压蒸干溶剂。残渣用甲醇少量多次溶解,置 10 mL 容量瓶中定容,摇匀,用微孔滤膜滤过,弃去初滤液,续滤液备用。

2.3 色谱行为

分别取人参 1 g,麦冬 2 g,粉碎成粗粉,照《中国药典》2000 年版生脉饮项下制备缺五味子的生脉饮阴性对照液。将生脉饮阴性对照液按样品溶液的制备项下制备,再将生脉饮阴性对照液(空白)对照品溶液和样品溶液,按以上色谱条件分别进样,绘制色谱图(见图 1),在此色谱条件下溶剂峰、人参和麦冬的成分峰均不影响五味子醇甲的检出。五味子醇甲峰与生脉饮中其他组分良好分离,五味子醇甲保留时间约为 7.1 min。

2.4 线性关系

分别精密吸取标准品储备液 1,2,4,6,8 μ L,按上述色谱条件,分别重复进样,测定峰面积。以五味子醇甲对照品峰面积均值 Y 对其含量 X (μ g) 线性回归,得回归方程 $Y=3.09 \times 10^4 + 9.04 \times 10^5 X$, $r=0.9996$,五味子醇甲在 0.2~2.0 μ g·mL⁻¹ 呈良好的线性关系($n=5$)。

2.5 精密度和方法重复性

取样品溶液 6 μ L,重复进样 5 次,五味子醇甲峰面积积分值的日内 RSD 为 1.32%。连续 5 d 进样 8 μ L,五味子醇甲峰面积积分值的日间 RSD 为 2.63%。

同一批样品,分别按样品制备项下方法操作,制备样品溶液 5 份,进样测定,计算五味子醇甲含量的 RSD 为 3.97%。

[收稿日期] 2002-02-24

[通讯作者] 陈虹 Tel:(022)60578367

2.6 加样回收率

取同一已知五味子醇甲含量的生脉饮样品(批号 010110)3 份,分别准确加入不同浓度的标对照品

液,各份均依样品测定项下方法测定,计算五味子醇甲平均回收率为 100.5%, RSD 为 3.87%。结果见表 1。

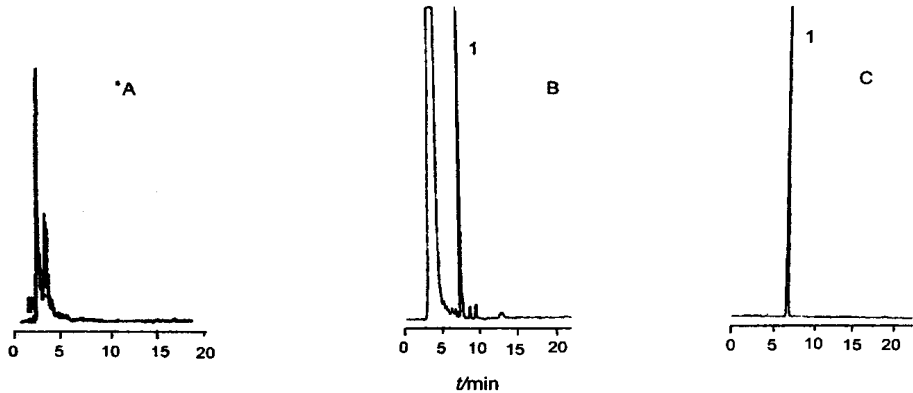


图 1 生脉饮高效液相色谱图

A.空白 B.样品 C.对照品 1.五味子醇甲

表 1 生脉饮中五味子醇甲的回收率实验结果

| 加入量 / μg | 测得量 / μg | 回收率 / % | 平均回收率 / % | RSD / % |
|---------------------|---------------------|---------|-----------|---------|
| 200.0 | 360.4 | 96.2 | | |
| 400.0 | 583.1 | 103.8 | 100.5 | 3.87 |
| 600.0 | 776.7 | 101.4 | | |

注:样品中五味子醇甲的含量均为 168.1 μg

2.7 样品测定

按样品溶液制备项下方法制备供试液样品溶液。取 15 μL 注入高效液相色谱仪,记录色谱峰面积,以外标法计算,结果见表 2。

表 2 生脉饮中五味子醇甲含量($n=5$)

| 批号 | 含量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ | RSD / % |
|--------|---|---------|
| 010110 | 16.81 | 2.92 |
| 010906 | 58.69 | 3.67 |
| 010502 | 20.58 | 1.21 |

3 讨论

3.1 将样品溶液蒸干后直接用甲醇溶解,进样,则杂质较多容易导致柱污染。在提取生脉饮中的五味

子醇甲时,我们选择了乙酸乙酯提取,得到较高的回收率,又减少了柱污染。

3.2 经检测 3 个批号(010110,010906,010502)的生脉饮,检测到了五味子醇甲的峰,保留时为 7.10 min。生脉饮的阴性对照液(空白)中其他成分,在极性小的流动相极性中(乙腈-甲醇-水为 15:15:10)均出现在保留时 3.8 min 以前,不干扰五味子醇甲的测定。

3.3 柱温的控制非常重要,柱温为 20 $^{\circ}\text{C}$ 五味子中其余成分的保留时间接近 40 min,柱温为 30 $^{\circ}\text{C}$ 时分离良好。

[参考文献]

- [1] 吴健敏,张启明,严克东. HPLC 测定生脉粉针中五味子有效成分五味子醇甲的含量. 药物分析杂志,1993,13(5):328.
- [2] 谭生建,屈雪莲,杨成勇,等. 肝复康中五味子醇甲和五味子乙素含量测定方法研究. 解放军药学学报,2000,16(5):270.
- [3] 崔兰贵,王火,朱铁梁. HPLC 法测定更年安片中五味子甲素和五味子乙素的含量. 中草药,2001,32(5):409.

Determination of Schisandrin in Yishenwan by HPLC

WU Xiaofeng, CHEN Hong, ZHAO Zhiru

(Medical College of Chinese People's Armed Police Forces, Tianjin 300162, China)

[Abstract] Objective: To determine the concentration of schisandrin in Shengmaiyin with HPLC. Method: The sample was extracted with ethyl acetate through supersonic wave. The solution was filtrated and evaporated. The residue was resolved with

(下转第 72 页)

(上接第 40 页)

methanol and determined by HPLC using PHENOMENEX C₁₈(4.6 mm × 250 mm ,5 μm) chromatographic column , methanol- acetonitrile- water (15: 15: 10) as mobile phase . The wavelength for detection was 254 nm . **Result :** The peak of schizandrin appears on about 7.10 minutes . The standard curves of schizandrin were linear in the concentration range of 0.2 - 2.0 μg , $r = 0.9996$. The average recovery of schizandrin were 100.5 % (RSD 2.84 %) 。 **Conclusion :** This method was found to be sensitive , quick and accurate for the measurement of schizandrin concentrations in Shengmai Yin .

[**Key words**] Shengmai Yin ; schizandrin ; HPLC

[责任编辑 刘 晔]