

双五利眠液中五味子乙素的含量测定

李晓冬 窦 英 姜玉娟(哈尔滨医药股份有限公司中药二厂 哈尔滨 150001)

双五利眠液具有扶正固本,益气健脾,补肾安神,聪耳明目之功效,主要用于治疗神经衰弱,食欲不振,全身无力等症。临床应用比较广泛,但缺少定量测定指标^[1]。五味子乙素是五味子的主要成分,采用硅胶 GF₂₅₄为吸附剂,以甲苯:乙酸乙酯(8:1)为展开剂,用双波长扫描法对其进行定量分析^[2]。

1 仪器与试药

仪器 岛津 CS-9000 双波长飞点扫描仪;CAMAG 全自动点样仪(瑞士);三用紫外分析仪。层析板:硅胶 GF₂₅₄,105 C活化30min,置于干燥器中保存。五味子乙素对照品由中国药品生物制品检定所提供。双五利眠液:由哈尔滨中药二厂提供(10ml/支)。试剂:均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取五味子乙素对照品 1.05mg,置 10ml 容量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,制成对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备 精密量取双五利眠液 50ml 置分液漏斗中,用氯仿萃取 3 次,每次 20ml,合并氯仿液,水浴蒸干。残渣加甲醇微热使溶解,并转移 10ml 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀即得。

2.3 空白对照液的制备 按处方量取除五味子之外的各味药材,按相同工艺制成不含五味子的样品液,精密吸取此溶液 50ml,按“供试品溶液的制备”方法制成空白对照液。

2.4 测定波长的选择 取对照品溶液、供试品溶液、空白对照液各 5μl 分别点于同一薄层板上,展开后晾干,于 200~370nm(氙灯)波长范围内扫描。结果表明,供试品色谱中,在与对照品色谱相同的位置上显相同的斑点,此斑点在 235nm 处有最大吸收,而在 315

~370nm 波长范围内几乎无吸收,而空白对照液在此处无斑点。确定 λ_S = 235nm, λ_R = 315nm,光束狭缝 0.4mm × 0.4mm,散射系数 S_X = 3。双波长反射法锯齿扫描。

2.5 标准曲线的绘制 用 CAMAG 全自动点样仪,将对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7μl 精密点于同一硅胶 GF₂₅₄板上,按上述薄层层析条件展开,扫描,测定峰面积。

结果表明,五味子乙素在 0.105 ~ 0.735μg 之间浓度与峰面积呈一不通过原点的直线,回归方程为 Y = 122391.1878x - 5350.767, r = 0.998。

2.6 稳定性试验 取供试品溶液点样,展开,晾干后每隔 30min 测定 1 次,共测 4 次。结果表明,斑点在 2h 内基本稳定。见表 1。

表 1 稳定性试验结果

测定次数	供试品溶液峰面积	RSD(%)
1	32621.45	
2	33056.48	1.43
3	31924.52	
4	32546.38	

2.7 精密度试验 将同一对照品溶液,在同 1 块薄层板上点样 5 次,展开晾干,测得五味子乙素对照品峰面积,其 RSD 为 0.705%。按拟订方法测定同一批供试品(批号 971209)的含量, RSD 为 2.62%,试验结果表明精密度良好。见表 2。

表 2 点样精密度与方法精密度试验

测定次数	对照品溶液峰面积	供试品含量 (mg/100ml)	RSD(%)	
			对照品	供试品
1	58652.25	0.345		
2	57573.75	0.352		
3	58109.32	0.363	0.705	2.62
4	57896.33	0.359		
5	58321.44	0.341		

2.8 回收率实验 精密吸取已知含量为0.782mg/100ml 样品 40ml,精密加入浓度为0.206mg/ml 的五味子乙素对照品 1、1.5、2ml 各 2 次,按样品溶液制备方法制备供试液,点于薄层板上,层析扫描测定,结果见表 3。

表 3 加样回收率试验结果

供试品中 五味子乙 素含量 (mg)	加入 对照 品量 (mg)	测得 总量 (mg)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
0.313	0.206	0.513	97.09		
0.313	0.206	0.511	96.17		
0.313	0.309	0.621	99.68	98.45	1.69
0.313	0.309	0.618	98.71		
0.313	0.412	0.728	100.73		
0.313	0.412	0.718	98.30		

2.9 样品含量测定 取 5 批样品,按拟定方法将 5 μ l 样品液点于薄层板上,以上述条件测定,结果见表 4。

表 4 样品含量测定

批 号	五味子乙素含量(mg/100ml)
971209	0.793
980103	0.801
980106	0.764
980405	0.815
980601	0.782

3 讨论

双波长薄层扫描法测定五味子乙素含量具有灵敏、快速、简便的优点,在此实验中要注意将薄层板点好样品后置层析缸中饱和一定时间再展开,且为防止背景干扰,溶剂应挥干后,再进行扫描。

参考文献

- 1 黑龙江省卫生厅. 黑龙江省药品标准,1986. 135
- 2 赵晓霞,来杰,张华. 双波长薄层扫描法测定五仁醇胶囊中五味子乙素的含量. 中国实验方剂学杂志,1997,3(3):47