

高效液相色谱法测定解酒肝康颗粒中 五味子醇甲的含量

李 彬^{1*}, 任海华²

(1. 山东省中医药研究院, 山东 济南 250014; 2. 山东省肿瘤医院, 山东 济南 250117)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱法测定解酒肝康颗粒中五味子醇甲含量测定方法。方法: 样品用甲醇超声提取 30 min。分析采用 Diamonsil C₁₈ 色谱柱, 以乙腈-0.1% 磷酸(42: 58) 为流动相。流速 1 mL·min⁻¹, 检测波长 250 nm。结果: 五味子醇甲平均回收率为 97.89% (RSD= 0.95%)。结论: 该实验操作简便, 结果准确, 可作为解酒肝康颗粒的质量控制标准。

[关键词] 解酒肝康颗粒; 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]** 1005-9903(2008)04-0014-03

[收稿日期] 2007-08-13

[基金项目] 山东省科技攻关课题(2006GG22020265)

[通讯作者] * 李彬, Tel: 15866746189; E-mail: libinhome@yahoo.com.cn

Determination of Schisandrin in Jiejiu Gan kang Granules by HPLC

LI Bin^{1*}, REN Hai-hua²

(1. Shandong Academy of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250014, China;

2. Shandong Tumor Hospital, Jinan 250117, China)

[**Abstract**] **Objective:** To develop an HPLC method for determination of Schisandrin in Jiejiu Gankang Granules. **Methods:** The samples were extracted with methanol using ultrasonic bath for 30 min. The analysis was carried out on a Diamonsil C₁₈ column eluted with acetonitrile water containing 0.1% phosphoric acid(42:58) as a mobile phase. The flow rate was 1 mL·min⁻¹. The detection wavelength was set at 250 nm. **Results:** The average recovery of schisandrin was 97.89% (RSD = 0.95%). **Conclusion:** The method is convenient, repeatable and accurate and can be used for determination of Schisandrin in Jiejiu Gankang Granules.

[**Key words**] Jiejiu Gankang Granules; schisandrin; HPLC

解酒肝康颗粒主要由人参、五味子、白芍、丹参等药物组成,具有疏肝理脾,解酒祛湿,祛瘀行滞的功效,临床用于治疗酒精性脂肪肝。处方中的五味子为主要药材。因此控制五味子醇甲的含量对确保该制剂的疗效有重要意义。为探讨本制剂的内在质量,制定该药物的定量质控标准,我们用高效液相色谱法测定解酒肝康颗粒中五味子醇甲含量测定方法进行了全面适应性系统研究。为该制剂的定量质控标准提供了快速、准确的测定方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(美国 waters2695),检测器为 waters2996 二级管阵列检测器,泵 waters2695,四元梯度泵,控制器为 waters2695,数据处理器为 waters M³² 工作站。色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm DIKMA 科技),超纯水(Millipore 公司纯水器),所用乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯,五味子醇甲对照品购于中国药品生物制品检定所,供含量测定用(批号: 110875-200507),五味子药材(山东济南建联中药材公司提供)经山东省中医药研究院钟方晓研究员鉴定为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill. 的干燥成熟果实。

2 试验方法与结果

2.1 供试品溶液的制备 取五味子 1 袋,准确称定,研细,取 0.5 g,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加甲醇 20 mL,超声处理 30 min,放冷,定容,取续滤液作为供试溶液。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取五味子醇甲对照品 6.42 mg 于 25 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为储备液,其浓度 256.8 μg·mL⁻¹[1,4]。

2.3 空白液的制备 按 1/50 处方比例,准确称取除五味子以外的其它药材,照制备工艺和供试品的制备方法,制成缺五味子空白溶液。

2.4 色谱条件与适用性试验 色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm DIKMA 科技),流动相乙腈-0.1% 磷酸(42:58),流速: 1 mL·min⁻¹,柱温室温,检测波长 250 nm。理论塔板数按五味子醇甲计算不低于 2 000。保留时间五味子醇甲约 23 min,用外标法测定[2,3]。

2.5 最大吸收波长的选择 参考《中国药典》五味子项下的标准规定[1]。

2.6 空白干扰试验 取供试液、五味子醇甲对照液和缺五味子空白液,各进样 10 μL,在 250 nm 处检测,结果表明五味子醇甲对照液和供试品溶液在该波长下均呈现吸收峰,而缺五味子空白液在与对照品相应的位置上未见色谱峰出现,表明本测定方法无明显干扰见图 1~3。

2.7 线性关系考察 精密吸取上述五味子醇甲对照品储备溶液 2 mL 于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,其浓度 51.36 mg·mL⁻¹,分别进样 2, 4, 6, 8, 10 μL,注入高效液相色谱仪,进样量分别为 102.72, 205.44, 308.16, 410.88, 513.6 μg,测定峰面积积分值,结果见表 1。以五味子的进样量(μg)为横

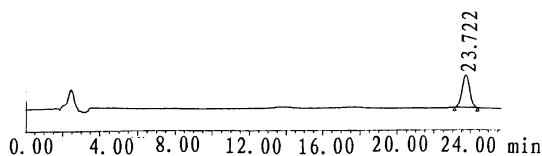


图 1 五味子醇甲对照品 HPLC 图谱

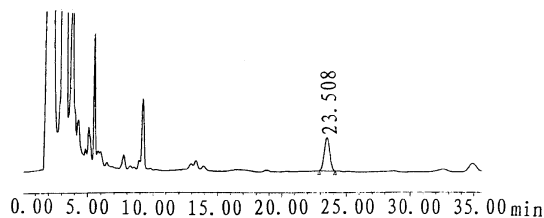


图 2 供试品 HPLC 图谱

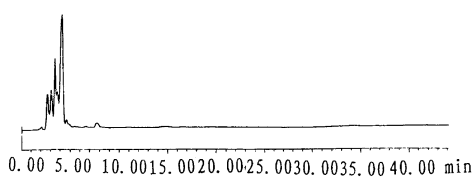


图 3 缺五味子空白样品 HPLC 图谱

坐标, 峰面积积分为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果五味子醇甲进样量在(102.72~ 513.6) μg 范围内线性关系良好, 对所得数据进行回归分析得回归方程:

$$Y = 3.74 \times 10^6 X - 5.85 \times 10^4, r = 0.9997.$$

2.8 精密度试验 精密吸取供试品溶液 10 μL , 连续进样 5 次, 测定峰面积积分值, 计算精密度, 结果五味子醇甲对照品和样品 5 次测定的 RSD 分别为 0.59% 和 0.7%, 表明精密度良好。

2.9 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μL , 每隔 2 h 进样测定 1 次, 共进样测定 5 次, 其峰面积积分值在测定时间 8 h 内基本不变, 供试品五味子醇甲 5 次测定的 RSD 为 1.06%, 表明在测定时间 8 h 内稳定性良好。

2.10 重复性试验 取同一批样品 6 份, 按含量测定项下, 依法测定五味子醇甲的含量, 结果 6 次测定的五味子醇甲平均含量为 $1.2926 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 其 RSD 为 1.41%; 结果表明重复性良好。

2.11 回收率试验 取已知含量的同一批样品约 0.25 g, 精密称定, 共取 6 份, 分别精密加入五味子醇

甲对照品适量, 按供试品溶液的制备方法制得回收率试验液, 依此法测定, 并计算回收率, 结果见表 1。

表 1 五味子醇甲回收率试验结果

样品量 (g)	样品中的量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.25011	0.3233	0.3595	0.6726	97.00		
0.25024	0.3237	0.3595	0.6806	99.28		
0.25049	0.3237	0.3595	0.6715	96.75	97.89	0.95
0.25069	0.3240	0.3595	0.6775	98.33		
0.25040	0.3237	0.3595	0.6767	98.19		
0.25078	0.3242	0.3595	0.6757	97.77		

2.12 样品的测定 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL , 注入液相色谱仪, 测定, 并计算各批样品中五味子醇甲的含量, 3 批样品中五味子醇甲的含量为 $1.2926, 1.2902, 1.3014 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

3 结论

解酒肝康颗粒所含成分复杂, 且极性相近的成分干扰较为严重。我们采用的样品制备方法, 可使五味子醇甲的色谱峰分离较好, 并且提供了直观的彩色图象, 得到满意的指纹色谱图。

通过对 3 批样品的含量测定, 建立了本品中五味子醇甲的高效液相色谱含量测定方法。本法准确、灵敏、专属性强、重复性好, 该方法即有较强的科学性, 是控制该制剂内在质量的较理想方法。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 45.
- [2] 梁生旺, 刘伟. 中药制剂定量分析[M]. 北京: 中国医药出版社, 1997. 277.
- [3] 王宝葵. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京: 中国药科技出版社, 1994. 439.
- [4] 杨春梅, 王玉蓉. 测定眠而安滴丸中五味子醇甲的含量[J]. 中成药, 2004, 26(10): 808.