

# 五味子糖浆质量标准研究

张朝民<sup>1</sup>, 黄海欣<sup>2</sup>, 张玉洁<sup>2</sup>

(1 南阳中医药学校, 河南 南阳 473061; 2 河南省南阳市药品检验所, 河南 南阳 473061)

**摘要:** 目的: 修订五味子糖浆的质量标准。方法: 用 TLC 法对五味子作了鉴别。用 HPLC 法测定五味子醇甲的含量。结果: 用 TLC 检出五味子。用 HPLC 法测出了五味子醇甲的含量。五味子醇甲在 0.35~2.88 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系;  $r=0.9991$ , 平均回收率 98.5%, RSD=1.4%。结论: 所建立的方法简便可行, 重现性好, 为五味子糖浆质量控制提供了参考。

**关键词:** 五味子糖浆; TLC; HPLC; 五味子醇甲

**中图分类号:** R284.1   **文献标识码:** B   **文章编号:** 1005-9903(2005)06-0018-02

五味子糖浆为中国药品标准中药成方制剂第二册收载的品种<sup>[1]</sup>, 由五味子单味中药组成, 具补肾, 镇静, 安神之功能。用于治疗神经衰弱, 头晕失眠等症。为临床上常用的中成药。五味子含五味子醇甲和五味子甲素等木质素成分, 南五味子不含五味子醇甲<sup>[2]</sup>。为了控制药品质量, 参考《中国药典》2000年版<sup>[3]</sup>, 以专属性强的五味子醇甲结合五味子甲素进行了 TLC 鉴别, 以鉴别五味子。并用 HPLC 法测定药品中五味子醇甲的含量。

## 1 仪器及材料

LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD-10A 紫外检测器(日本岛津), N-2000 数据处理机(浙江大学智能工程研究所)。色谱柱: (VP-ODS C18 柱 150mm $\times$ 4.6mm, 5 $\mu$ m)。五味子醇甲(0857-9601)、五味子甲素(764-9201)均由卫生部生物制品鉴定所提供。五味子糖浆(某制药厂提供)。HPLC 用甲醇(上海吴泾化学总厂)为色谱醇, 水为重蒸馏水, 其它试剂均为分析纯。

## 2 五味子的薄层色谱鉴别

取本品 10mL, 加硅藻土 7g, 搅匀, 水浴上蒸干, 加氯仿 20mL, 超声提取 20min, 滤过, 滤液置水浴上蒸干。残渣加甲醇 1mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取五味子甲素、五味子醇甲对照品, 加甲醇制成每 1mL 各含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。按本方及制备工艺同法制取缺五味子的阴性溶液。吸取上述溶液各 5 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上, 以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-甲醇乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 阴性对照在相应位置上无斑点(无味子糖浆为单味制剂)。

## 3 含量测定

**3.1 色谱条件与系统适用性试验** VP-ODS C<sub>18</sub> (150mm $\times$ 4.6mm, 5 $\mu$ m); 甲醇-水(55:45)为流动相; 检测波长为 250nm。理论板数按五味子醇甲峰计算应不低于 2000。进样量 10 $\mu$ L。

**3.2 对照品溶液的制备** 取五味子醇甲对照品

18mg, 精密称定, 置 50mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 并稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 25mL, 置 50mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(每 1mL 含五味子醇甲 180 $\mu$ g)。

**3.3 供试品溶液的制备** 精密量取本品 5mL, 加硅藻土 5g, 搅匀, 水浴上蒸干, 残渣置索氏提取器中, 加氯仿适量, 回流 4h, 氯仿转移至蒸发皿中, 水浴上蒸干。残渣加甲醇溶解, 并转至 10mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

**3.4 标准曲线与线性范围** 精密吸取上述对照品溶液制备法中的第一步溶液 20mL 置 25mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 得每 1mL 含五味子醇甲 288 $\mu$ g 的溶液。精密吸取 3.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0mL, 分别置于 25mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 依次进样, 每一浓度进样 2 次, 求五味子醇甲峰面积平均值, 以峰面积平均值为纵坐标, 五味子醇甲进样量( $\mu$ g)为横坐标, 绘制标准曲线, 经线性回归得回归方程:  $Y = 17382875X - 3210$ , 相关系数  $r = 0.9990$ 。结果表明, 五味子醇甲在 0.35~ 2.88 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系。

**3.5 测定法** 取样品三批, 按供试品溶液制备方法制得样品溶液, 分别精密吸取对照品溶液与样品溶液各 10 $\mu$ L, 注入液相色谱仪测定。测得三批样品所含五味子醇甲分别为 (030712) 0.407、(030715) 0.421、(030720) 0.418mg/mL。

**3.6 阴性实验** 取处方中除五味子以外的其它组分, 照五味子糖浆制法制得五味子阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制得阴性溶液。取阴性溶液 10 $\mu$ L, 注入液相色谱仪测定, 结果阴性试验无五味子醇甲对照品的对应峰。

**3.7 精密度试验** 精密吸取同一样品(030712)溶液 10 $\mu$ L, 重复 5 次测定五味子醇甲峰面积, 其 RSD: 1.2%。

**3.8 重复性试验** 取同一样品(030715) 5 份, 分别按样品溶液制备法制备, 测定其五味子醇甲含量, 其平均含量为 0.421mg $\cdot$ mL<sup>-1</sup>, 其 RSD 为 0.85%。

**3.9 稳定性试验** 取(030715)样品, 按样品溶液制备法制得供试品溶液, 每 2h 测定一次, 五味子醇甲含量为: 0.427、0.416、0.422、0.420、0.419、0.4261mg $\cdot$ mL<sup>-1</sup>。RSD: 1.0%。表明供试品溶液制备后在 10h 内是稳定的。

**3.10 加样回收率试验** 取同一批号(030712)样品 6 份, 各 2mL, 分别加入 0.3991mg $\cdot$ mL<sup>-1</sup>的对照品溶

液 1.0、1.0、2.0、2.0、3.0、3.0mL, 按含量测定项下供试品溶液制备方法制得供试品溶液 6 份, 按上述色谱法条件测定, 计算加样回收率。结果见表 1。平均加样回收率为 98.5%, RSD= 1.4%。

表 1 五味子醇甲加样回收试验结果

样品含量(mg)	对照品加入量(mg)	实测量(mg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
0.814	0.399	1.195	98.5		
0.814	0.399	1.171	96.5		
0.814	0.798	1.580	98.0	98.5	1.4
0.814	0.798	1.620	100.5		
0.814	1.197	1.975	98.2		
0.814	1.197	1.997	99.3		

#### 4 小结

五味子的 TLC 法鉴别, 过去以五味子甲素作对照, 是因为五味子和南五味子均含五味子甲素。2000 年版中国药典把五味子和南五味子分列为两种药材, 因五味子含五味子醇甲, 南五味子不含五味子醇甲<sup>[3]</sup>, 本试验以专属性强的五味子醇甲结合五味子甲素作对照鉴别五味子。

药品中五味子醇甲的含量测定法经试验, 流动相甲醇-水(13:7)改为(55:45), 分离更好。在对照品的浓度配制上, 按中国药典中的浓度试验, 结果对照品和样品的峰面积差别太大, 参考文献<sup>[4]</sup>配制成每 1mL 含五味子醇甲 180 $\mu$ g 的浓度较为合适。

含量测定中, 五味子糖浆中的五味子醇甲等木脂素类成分, 用氯仿直接提取时, 乳化现象非常严重, 不易分层, 改为本法, 避免了乳化现象的干扰, 能有效地提取五味子醇甲和五味子甲素。

含量测定项下供试品溶液的制备中, 样品用氯仿连续提取 4h 后, 再用氯仿连续提取 1h 的溶液经 HPLC 测定已基本没有五味子醇甲的吸收峰, 故定为提取 4h。

#### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中国药品标准中药成方制剂[S]. 第三册: 37.
- [2] 肖培根. 新编中药志[M]. 第二卷, 北京: 化学工业出版社, 2002. 119.
- [3] 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, 2000. 48.
- [4] 石雪萍, 蒋婉娟, 刘柏年. 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.