

HPLC法测定痛经片中阿魏酸的含量

辽宁中医学院(沈阳 110032) 张振秋* 刁秀兰 袁昌鲁
辽河油田中心医院 裴桂秋 王兆锋

摘要 采用高效液相色谱法, ODS柱, 以乙腈-0.058 mol/L KH_2PO_4 溶液(用磷酸调 pH= 2.5)(1:4)为流动相, 测定痛经片中阿魏酸的含量。其方法回收率为 93.9%, RSD为 0.9%。

关键词 痛经片 阿魏酸 高效液相色谱法

Determination of Ferulic Acid in Tongjing Tablets by HPLC

Liaoning College of TCM (Shenyang 110032) Zhang Zhenqiu, Diao Xiulan and Yuan Changlu
Central Hospital in Oil Field of Liaohe Pei Guiqiu and Wang Zhao Feng

Abstract An HPLC method for the determination of ferulic acid in Tongjing Tablet, a Chinese herbal preparation for the treatment of dysmenorrhea, was reported. ODS column was used with 1:4 ratio of MeCN (0.05 mol/L): KH_2PO_4 (pH= 2.5) as the mobile phase. The average recovery was 93.9% and RSD= 0.9%.

Key words Tongjing Tablets ferulic acid HPLC

痛经片由当归、香附、丹参、山楂、熟地黄、白芍、益母草、延胡索、五灵脂、川芎、茺蔚子、肉桂、青皮、木香、干姜、红花组成, 具有活血、理气、散寒止痛功效^[1]。为有效控制产品质量, 对其中阿魏酸采用 HPLC法进行含量测定^[2]。

1 仪器与试药

日本岛津 LC-10A v_p 系列高效液相色谱仪; 阿魏酸对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号 0773-9607); 痛经片由沈阳东新药业公司生产; 试剂为色谱用乙腈, 其它均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(ODS柱 4.6 mm×150 mm), 乙腈-0.058 mol/L KH_2PO_4 溶液(用磷酸调 pH= 2.5)(1:4)为流动相, 流速 0.8 mL/min, 检测波长 313 nm

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取阿魏酸对照品 4.50 mg 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀; 精密吸取 5 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 制成 22.5 μg/mL 的溶液

精密吸取对照品溶液 4, 8, 12, 16, 20 μL 注入 HPLC 仪测定。以阿魏酸进样量为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 其回归方程为 $A = 2.973785.6m + 8.845.1$, $r = 0.9999$ 阿魏酸在

0.09~0.45 μg 的范围内呈良好的线性关系。

2.3 含量测定: 取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取 2 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇-甲酸(95:5)混合溶液 50 mL, 称定重量, 超声处理 30 min, 放冷至室温, 称定重量, 补加甲醇-甲酸(95:5)混合溶液至原重, 混匀, 滤过, 弃去初滤液, 收集续滤液, 为供试品溶液

分别精密吸取对照品溶液 5 μL, 供试品溶液 20 μL, 注入 HPLC 仪, 测定色谱峰面积, 计算含量。结果见表 1

表 1 痛经片中阿魏酸含量测定结果

批号	测定结果 (毫克/片)		平均值 (毫升/片)
9809017	0.0264	0.0268	0.0266
981001	0.0201	0.0201	0.0201
990105	0.0312	0.0308	0.0310
990110	0.0326	0.0328	0.0327

2.4 加样回收率测定: 取批号 9809017(含量为 0.026 毫克/片)的样品, 研细, 精密称取 2 g, 精密加入阿魏酸对照品溶液 8 mL, 按含量测定相同方法制备供试品溶液并测定。结果回收率为 $\bar{x} = 93.9\%$, RSD= 0.9% ($n = 6$)。

3 讨论

3.1 提取溶液的选择: 50% 甲醇提取液过滤慢, 甲

* Address: Zhang Zhenqiu, Liaoning College of TCM, Shenyang

张振秋, 1964年 10月出生, 毕业于辽宁中医学院硕士研究生, 现任辽宁中医学院副教授, 优秀青年学术骨干, 主要从事中药质量分析及体内药物分析工作, 获沈阳市青年科技先锋称号。

醇提取含量偏低,故选用甲醇-甲酸(95:5)溶液作为提取溶剂,结果较满意

3.2 分离度的考察:高效液相色谱图如图1,供试品中阿魏酸分离良好,而阴性液无干扰。

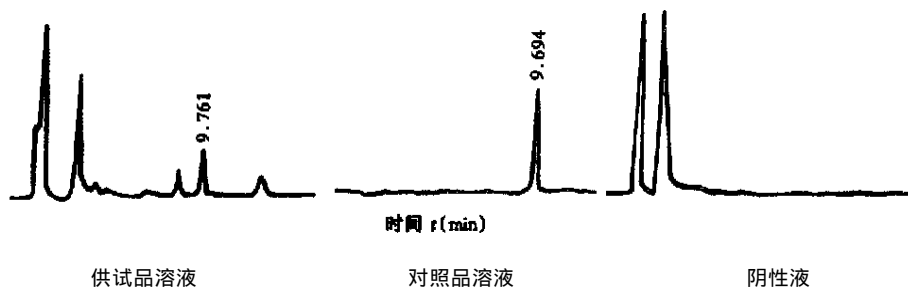


图1 高效液相色谱图

3.3 精密度的考察:结果其RSD为0.6%(n=6)表明仪器精密度良好。

3.4 稳定性的考察:结果8h内,色谱峰面积无明显改变,其RSD为1.7%,表明稳定性良好。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部.药品标准.中药成方制剂第8册.1993:194
- 2 陈汉平,刘素香,李桂梅.中草药,1988,19(10):15

(1999-10-08收稿)

HPLC法测定健骨生胶囊中葛根素和芍药苷含量

中国药品生物制品检定所(北京100050)
天津达仁堂制药厂

郑笑为* 倪龙 马双成 林瑞超
张捷

摘要 目的:测定健骨生胶囊中葛根素、芍药苷的含量。方法:应用HPLC法。结果:胶囊中葛根素含量为0.02毫克/粒,芍药苷含量为0.16毫克/粒。结论:本法灵敏、快速、专属性及重现性较好。

关键词 健骨生胶囊 葛根素 芍药苷 HPLC

健骨生胶囊是由当归、葛根、白芍、土茯苓、西洋参等十几味中药组成的复方制剂,有很好的强筋壮骨的作用。其组分复杂,为了控制内在质量,采用HPLC法测定其中葛根素与芍药苷的含量,该方法前处理简单,回收率高,重现性好,可用于工厂常规分析检验用。

1 仪器、样品与试剂

仪器 SP8800高效液相色谱仪;日本岛津公司SGL-6A高效液相色谱仪;健骨生胶囊由北京匡达制药厂提供;葛根素、芍药苷对照品由中国药品生物制品检定所提供;试剂为分析纯,水为蒸馏水,柱层析用聚酰胺(80~120目)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:葛根素: C₁₈-ODS 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 6 μm);流动相:乙腈-水-冰醋酸(8:92:0.5);检测波长为250 nm;柱温35℃;流速1.0

mL/min;保留时间15 min左右。

芍药苷: C₁₈-ODS 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(23:77,磷酸调pH值3~4);检测波长为232 nm;流速1.0 mL/min;保留时间17 min左右。

在上述条件下,这两种成分可与杂质峰分离,空白样品也无干扰,见图1。

2.2 对照品溶液的制备:葛根素:精密称取葛根素对照品适量,加甲醇制成每1 mL含0.2 mg的溶液,再精密吸取1 mL置10 mL容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

芍药苷:精密称取80℃干燥至恒重的芍药苷对照品适量,加甲醇制成每毫升含0.15 mg的溶液,摇匀,即得。

2.3 供试品溶液的制备:葛根素:取本品,除去囊壳,精密称取胶囊内容物约4 g置具塞锥形瓶中,加

* Address: Zheng Xiaowei, National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products, Beijing

郑笑为, 大学学士, 主管药师, 主要从事中药质量分析及天然药物化学方面的研究。完成有对银杏中黄酮类有效成分的提取分离与鉴定, 中药材珍珠、人工牛黄的 X 衍射 Fourier 谱的研究等。