

RP-HPLC法测定补血益母颗粒中阿魏酸的含量

李文莉,雷玉萍*

(湖南省药品检验所,湖南 长沙 410001)

摘要: 目的 测定补血益母颗粒中阿魏酸含量。方法 利用 RP-HPLC法,对样品中阿魏酸的提取方法、测定条件进行选择。结果 以含 1% 醋酸的 60% 甲醇超声提取,检测波长 315 nm,方法回收率为 102.0%, $RSD = 2.36\%$ 。结论 方法快速、简便、重现性好,可作为补血益母颗粒质控方法。

关键词: 补血益母颗粒;阿魏酸;RP-HPLC

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)02-0126-02

Quantitative determination of ferulic acid in BUXUEYIMU GRANULES by RP-HPLC

LI Wen-li, LEI Yu-ping

(Hunan Institute for Drug Control, Changsha Hunan 410001, China)

Key words BUXUEYIMU GRANULES; ferulic acid; RP-HPLC

补血益母颗粒主要由当归、黄芪、阿胶、益母草、陈皮等组成,具有补气益血、去瘀生新的功能,用于面色萎黄、头晕、心悸、乏力、腹痛等症。方中当归为君药,主含新当归内酯、棕榈酸、阿魏酸、烟酸等成分。为了规范其标准,我们摸索了采用 RP-HPLC法测定其中阿魏酸的含量,方法简便、精确、重现性好。

1 仪器与试药

Waters 244高效液相色谱仪,SPD-10A紫外检测器,C-R2AX 数据处理机。

阿魏酸对照品(供含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供,经 HPLC法测定为单峰;甲醇:色谱纯;乙醇:分析纯;水:重蒸水。补血益母颗粒为湖南株洲中药厂生产。

2 方法和结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Hypersil ODS2, $5\mu\text{m}$, $4.6\text{mm} \times 250\text{mm}$;流动相: 甲醇-水-冰醋酸 (27:73:1);流速: 1.0mL/min ;检测波长: 315 nm;灵敏度: 0.2 AUFS;流量: 1.0mL/min ;柱温: 24°C ;进样量: $20\mu\text{L}$ 。上述色谱条件下,阿魏酸峰保留时间约为 21 min。该条件下对照品及样品的色谱图见图 1。

2.2 线性关系的考察: 精密吸取上述对照品溶液 (0.1584 mg/mL) 2, 2.5, 5, 10, 20 mL 于 100 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,即为 3.168, 3.96, 7.92, 15.84, $31.68\mu\text{g/mL}$,注入液相色谱仪,在上述色谱条件下测定,记录峰面积,以进样量为横坐

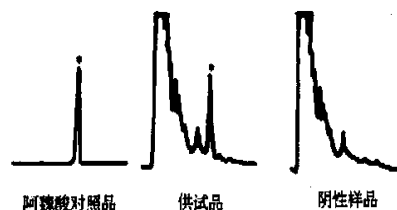


图 1 样品色谱图

标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $A = 275.060G - 373.1$, $r = 0.99998$ 。结果表明本方法中阿魏酸在 0.06~0.6 μg 范围内浓度与峰面积线性关系良好。

2.3 样品的测定: 取本品研细,取 2 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加 60% 甲醇 (含 1% 冰醋酸) 40 mL,超声处理 40 min,放冷至室温,加流动相稀释至刻度,摇匀,微孔滤膜滤过,吸取 $20\mu\text{L}$ 进样测定,结果见表 1。

表 1 补血益母颗粒含量测定结果 (mg/g)

批号	990501	990807	991101	991103	000302	000304
含量	0.028	0.035	0.073	0.075	0.239	0.170

2.4 精密度试验: 精密吸取同一供试品溶液 $20\mu\text{L}$,连续进样 5 次,测定峰面积,结果 $RSD = 1.76\%$,表明仪器精密度良好。

2.5 稳定性试验: 取同一份供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 8, 24, 32, 48 h 精密吸取 $20\mu\text{L}$,进样测定,记录峰面积,结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定, $RSD = 1.21\%$ 。

2.6 重现性试验:取同一批样品按拟定的含量测定方法重复测定 5次,结果平均值为 0.2395 mg/g , $RSD=3.93\%$ 。

2.7 回收率试验:取已知含量的样品研细,精密称取适量,精密加入阿魏酸对照品适量,照拟定的方法测定,结果回收率平均值为 102.0% , $RSD=2.36\%$ ($n=5$)。

2.8 样品的阴性对照试验:按样品处方称取除当归的中药材适量,按成品工艺及供试品处方制成阴性对照液,在与样品测定相同的色谱条件下测定。测得阴性样品在与阿魏酸峰保留时间相同处未见色谱峰,表明阴性样品无干扰。

3 讨论

3.1 提取方法的选择:本实验曾用几种方法处理样品,结果以本文拟定的方法结果最好,且操作简单,故选用该法。

3.2 检测波长的选择:关于阿魏酸的检测波长,文

献报道多为 313 nm ,经过阿魏酸的紫外吸收光谱的测定,其吸收峰波长为 315 nm ,与之接近,故选择 315 nm 为检测波长。

3.3 流动相的选择:经过甲醇-水-冰醋酸不同比例 ($30:70:1$; $20:80:1$; $27:73:1$) 的比较,确定为甲醇-水-冰醋酸 ($27:73:1$),流速为 1 mL/min 。

3.4 稳定性试验结果表明阿魏酸不稳定,易分解,用棕色瓶避光保存较好。从我们所测的 6批成品含量也可得知放置一年后的样品含量测定结果明显低于刚出厂的产品。因此,生产厂家应特别注意产品的贮存与保质期。

参考文献:

- [1] 陈发奎.常用中草药有效成分含量测定[M].北京:人民卫生出版社,1997.
- [2] 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究[M].北京:中国医药科技出版社,1994.
- [3] 肖刚伟,蒋永培,黄熙,等.RP-HPLC测定正常人口服复方川芎汤剂后血清中游离的阿魏酸[J].中国药学杂志,1997,32:761-764.

祛癣洗剂的研制及临床应用

黄亚非,谢淑霞,张永明*

(中山医科大学附属第三医院,广东 广州 510630)

中图分类号:R927.11

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2001)02-0127-02

足癣是一种常见病,多发病,在我国南方,发病率占成人人口的 $50\% \sim 60\%$ 。祛癣洗剂是我们根据南方足癣的特点研制的自创验方,具有清热解毒、除湿祛风、杀虫止痒之功效。我们将其用于治疗 53例足癣患者,通过临床观察,取得了满意的效果。

1 处方

紫地榆 300 g ;白鲜皮 300 g ;川椒 50 g ;百部 150 g ;地肤子 300 g ;土槿皮 150 g ;蛇床子 150 g ;苦参 300 g ;黄柏 150 g ;羌活 250 g ;升华硫磺 50 g 。

2 制备工艺

2.1 提取挥发油:取川椒、土槿皮、蛇床子加水浸泡 2h,充分浸润后,置挥发油提取器蒸馏 3~4h,收集挥发油,再重蒸 1次,收集挥发油约 500 mL 。

2.2 提取其它成分:取紫地榆、白鲜皮、百部、地肤子、苦参、黄柏、羌活加适量水浸泡 2h后,与提取挥发油后的药渣一起常规煎煮 2次,过滤,合并滤液,

浓缩至 2500 mL ,每毫升药液相当于生药 1 g 。

2.3 配液:取升华硫磺过 100目筛,置研钵中加入冰片及少量 95% 乙醇研磨,再缓缓倒入上述浓缩液和挥发油的混合液中,搅匀,即得棕色的混悬液,分装,密闭即得。

3 临床应用

3.1 一般资料:共观察患者 85例,年龄最大 60岁,最小 18岁,平均 28.91 岁,病程最长 10年,最短 1周,平均 21.26 个月。

3.2 治疗方法:治疗组:祛癣洗剂外用,每日 2次,涂擦患处,7d为一疗程。

对照组:1%克霉唑霜外用,涂患处,每日 2~3次,7d为一疗程。

3.3 疗效判断标准:停药 2周后判断疗效。

痊愈:症状和体征完全消失;显效:症状和体征明显好转 $\geq 60\%$;进步:症状和体征好转 $20\% \sim$

* 收稿日期:2000-04-18

基金项目:广东省中医药管理局科研基金资助项目