

HPLC 法测定养血当归胶囊中阿魏酸

赵红英¹, 尹忠臣², 吕 燊², 王 栋²

1. 浙江省人民医院 药剂科, 浙江 杭州 310012

2. 浙江康恩贝制药股份有限公司, 浙江 杭州 310052

摘要:目的 建立 HPLC 法测定养血当归胶囊中阿魏酸的方法。方法 采用 DIKMA Diamonsil C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm) 柱, 流动相为甲醇-1%醋酸溶液 (30:70), 体积流量 1.0 mL/min, 检测波长 320 nm。结果 阿魏酸线性范围为 4.02~20.24 μg/mL; 平均回收率为 96.67%, RSD 为 1.77%。结论 本方法定量准确、重复性好, 可作为养血当归胶囊的质量控制方法。

关键词: 养血当归胶囊; 阿魏酸; HPLC; 八珍汤; 当归

中图分类号: R286.02 文献标志码: B 文章编号: 0253-2670(2011)05-0911-02

Determination of ferulic acid in Yangxue Danggui Capsules by HPLC

ZHAO Hong-ying¹, YIN Zhong-chen², LV Shen², WANG Dong²

1. Department of Pharmacy, Zhejiang Provincial People's Hospital, Hangzhou 310012, China

2. Zhejiang CONBA Pharmaceutical Co., Ltd., Hangzhou 310052, China

Key words: Yangxue Danggui Capsula; ferulic acid; HPLC; Bazhen Decoction; *Angelicae Sinensis Radix*

养血当归胶囊是古代女科经典方剂“八珍汤”的现代制剂, 具有补益气血、调经止痛之功效, 现代临床上广泛应用于气血两虚所致的月经不调、月经量少、行经腹痛及产后血虚, 或见面黄肌瘦、贫血等症。养血当归胶囊处方中的君药为当归, 其性味甘、辛、温, 具有补血活血, 调经止痛, 润肠通便的功效, 用于血虚萎黄, 眩晕心悸, 月经不调, 经闭痛经, 虚寒腹痛, 肠燥便秘, 风湿痹痛, 跌扑损伤, 痈疽疮疡^[1]。阿魏酸是当归的主要有效成分之一, 采用 HPLC 法测定复方中阿魏酸已有报道^[2-4]。为确保养血当归胶囊制剂的稳定性, 笔者采用 RP-HPLC 法对养血当归胶囊中的指标成分阿魏酸进行测定。

1 仪器与材料

Agilent 1100 高效液相色谱仪 (美国安捷伦公司) 包括: 四元泵、自动进样器、UV 检测器、1100 工作站。阿魏酸对照品 (批号 2009266, 中国药品生物制品检定所); 养血当归胶囊 (批号 20090901、20090903、20091002, 规格 0.5 g/粒, 浙江康恩贝制药股份有限公司); 甲醇为色谱纯, 醋酸为分析纯, 水为重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 DIKMA Diamonsil C₁₈ (150 mm×4.6 mm, 5 μm) 柱, 流动相为甲醇-1%醋酸溶液 (30:70), 体积流量 1.0 mL/min, 检测波长 320 nm, 柱温室温, 进样量 20 μL; 理论板数按阿魏酸峰计不低于 4 000。

2.2 对照品溶液的制备

取干燥至恒定质量的阿魏酸对照品 10 mg, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至 100 mL, 精密量取 5 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得阿魏酸质量浓度为 5 μg/mL 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取养血当归胶囊内容物约 1 g, 精密称定, 置 100 mL 棕色量瓶中, 加入甲醇适量, 密塞, 超声处理 (功率 250 W, 频率 56 kHz) 40 min, 放置至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.4 阴性对照液的制备

按处方比例制备不含当归的阴性样品, 照供试品溶液的制备方法制备阴性对照液。

2.5 系统适应性试验

收稿日期: 2010-08-18

作者简介: 赵红英 (1973—), 女, 浙江德清县人, 主管药师, 研究方向医院药学。 Tel: 13958110766 E-mail: 916676945@qq.com

精密量取阿魏酸对照品溶液、供试品溶液、阴性对照液各 20 μL ，分别注入高效液相色谱仪，结果见图 1。可知供试品溶液在对照品溶液相应的位置有吸收，而阴性对照液在相应位置无吸收，故养血当归胶囊中的其他成分对阿魏酸的测定无干扰。

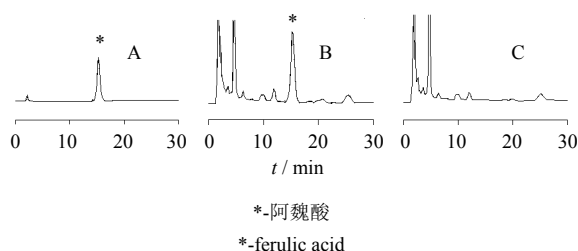


图1 对照品(A)、养血当归胶囊(B)及阴性对照(C)的HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of reference substance (A), Yangxue Danggui Capsula (B), and negative sample (C)

2.6 线性关系考察

精密称取阿魏酸对照品 10.12 mg，置 100 mL 量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，作为对照品储备液。分别精密吸取储备液 2、4、6、8、10 mL 置 50 mL 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，制得阿魏酸质量浓度分别为 4.048、8.096、12.144、16.192、20.240 $\mu\text{g/mL}$ 的系列对照品溶液。分别进样 20 μL ，记录峰面积。以峰面积为纵坐标，质量浓度为横坐标进行线性回归，得回归方程 $Y=2.89 \times 10^3 X+11.26$ ， $r=0.999\ 9$ ，表明阿魏酸在 4.048~20.240 $\mu\text{g/mL}$ 线性关系良好。

2.7 精密度试验

精密吸取质量浓度为 5.06 $\mu\text{g/mL}$ 的阿魏酸对照品溶液 20 μL ，连续进样 6 次，计算得其峰面积的 RSD 为 1.01%。

2.8 稳定性试验

取批号为 20090901 的样品制备的供试品溶液，分别在 0、1、2、4、8、12 h 进行测定，计算得阿魏酸峰面积的 RSD 为 1.26%，表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.9 重现性试验

取批号为 20090901 的样品 6 份，分别制备供试品溶液，依法测定，计算得样品中阿魏酸质量分数的 RSD 为 3.11%。

2.10 加样回收率试验

取已测定的养血当归胶囊(批号 20090901)内

容物 6 份，每份 1 g，精密称定，分别精密加入对照品储备液 5 mL，制备供试品溶液，依法测定，计算回收率。结果阿魏酸平均回收率为 96.67%，RSD 为 1.77%。

2.11 样品测定

取批号分别为 20090901、20090903、200910023 的样品制备供试品溶液，依法测定，外标法计算得阿魏酸质量分别为 0.26、0.27、0.26 mg/粒 ($n=2$)。

3 讨论

养血当归胶囊在八珍汤的基础上将白术换为黄芪，进一步加强其补气的功能，真正起到现代中药八珍汤气血双补基础方的功效。

笔者查阅近几年文献，对养血当归糖浆^[5]、软胶囊^[6]及当归药材中阿魏酸的测定已有充分的研究^[7-10]，但对于现代中药八珍汤(养血当归胶囊)的质量控制却未见报道。笔者在原有研究的基础上对液相色谱条件作了改善，按本实验建立的色谱条件进行养血当归胶囊中阿魏酸的测定，方法可行、操作简单，可用于养血当归胶囊的质量控制。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 王绪颖, 贾晓斌, 陈彦, 等. HPLC 法测定痛经宝颗粒中阿魏酸、肉桂酸、桂皮醛、木香烯内酯和去氢木香内酯 [J]. 中草药, 2010, 41(10): 1643-1645.
- [3] 褚文静, 张雪, 黄喜茹. RP-HPLC 法测定湿毒清片中 7 种活性成分 [J]. 中草药, 2010, 41(11): 1809-1811.
- [4] 高颖, 王巨存, 赵薇, 等. 苏氏接骨胶囊中当归和川芎的 TLC 鉴别及阿魏酸的 HPLC 测定 [J]. 现代药物与临床, 2010, 25(6): 453-456.
- [5] 植达诗, 周颖, 牟晓莹. HPLC 法测定养血当归糖浆中阿魏酸和芍药苷的含量 [J]. 中国药事, 2008, 22(6): 493-495.
- [6] 张玉爱, 吴泽榕, 郑起平, 等. HPLC 测定养血当归软胶囊中阿魏酸的含量 [J]. 中成药, 2006, 28(4): 599-600.
- [7] 刘云华, 易进海, 黄志芳, 等. 川芎、当归药材中总阿魏酸的含量测定 [J]. 中成药, 2009, 31(11): 1774-1776.
- [8] 刘毅, 刘素香, 龚苏晓, 等. 当归超临界 CO_2 萃取物的 GC-MS 成分分析 [J]. 药物评价研究, 2010, 33(5): 391-392.
- [9] 刘毅, 刘素香, 龚苏晓, 等. 当归药材 HPLC 指纹图谱及其液相色谱-质谱联用分析 [J]. 药物评价研究, 2010, 33(4): 259-262.
- [10] 龙全江, 徐茂保. 当归饮片质量标准研究 [J]. 中药材, 2009, 32(9): 1367-1369.