

• 科研交流 •

高压液相色谱法测定益脑合剂中阿魏酸的含量

张 丽 周佩卿 杨立平(北京首都医科大学宣武医院 北京 100053)

益脑合剂是我院协定处方,由当归、丹参、枸杞子、鹿茸、红花、首乌藤、生地、玉竹、石菖蒲、炒神曲、党参组成,具有填髓益脑、补肾益肝、活血化瘀之功效,对儿童智能障碍、脑缺氧等脑部疾病的治疗有显著疗效。为控制其内在质量,对其中的阿魏酸用高压液相色谱法进行含量测定,实验结果表明回收率及重现性,精密度都较好,方法准确可靠。

1 实验材料

1.1 仪器与试药 高压液相色谱仪为日本岛津公司生产,型号为 LC-3A,检测器为 SPD-ZAS。阿魏酸对照品为上海化学试剂一厂生产,含量 98% 以上。甲醇、乙醚等试剂均为北京化学试剂公司生产(优级纯),水为重蒸馏水,益脑合剂为宣武医院中药制剂室生产。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别 取本品 20ml,用氯仿萃取 4 次,每次 10ml,合并氯仿液,水浴浓缩至干,残渣用 1ml 乙醚溶解,作为供试品溶液。另取当归对照药材 2g 加乙醚 20ml,冷浸 1h,浸出液浓缩至 1ml,作为对照药材溶液,同时做阴性制剂对照(方法同),吸取上述 3 种溶液各 8 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚:醋酸乙酯(9:1)为展开剂展开,取出晾干,置 365nm 紫外灯下观察,供试品溶液色谱与对照药材溶液色谱在相应的位置上显相同颜色的荧光斑点,阴性对照液无干扰。

2.2 阿魏酸含量测定

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取阿魏酸 4mg 于 10ml 容量瓶中,用甲醇溶解并定容;摇匀,吸取 1ml 置 10ml 容量瓶中,用甲醇定容,制成 0.04mg/ml 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密吸取益脑合剂 5ml 于分液漏斗中,加入 15ml 水稀释,摇匀,用乙醚萃取 4 次,每次 5ml,合并乙醚萃取液,蒸干,残渣用甲醇转溶于 5ml 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.2.3 色谱条件 色谱分析柱 C₁₈(4.6mm \times 250mm);粒度 7 μ m;流动相:甲醇:1%冰醋酸水(30:70);流速:1.0ml/min;柱温 32 C;检测波长 313nm;灵敏度 0.08AUFS。

2.2.4 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 0.5、1、2、3、4、5 μ l 进样测定。以对照品溶液进样量为横坐标,以色谱峰峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程为 $Y=63.6+58350x$, $r=0.9997$ 。阿魏酸在 0.02 μ g~0.2 μ g 范围内呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 3 μ l(0.04mg/ml),重复进样 5 次,阿魏酸峰面积积分值的 RSD 为 1.27%。

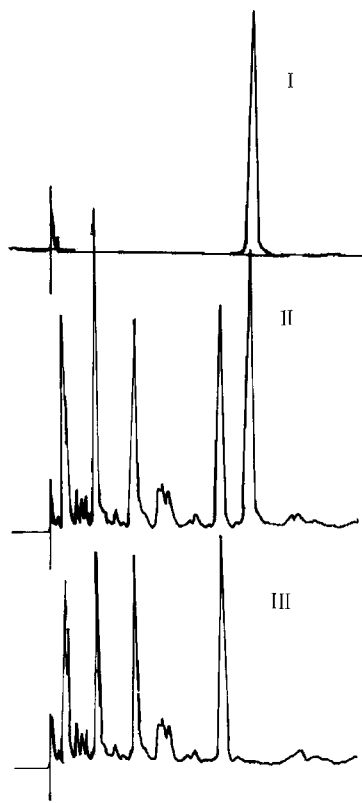
2.2.6 重现性试验 取样品溶液按色谱条件重复进样 5 次,进行测定,结果阿魏酸的含量分别为 0.0685、0.0684、0.0687、0.0686、0.0683(mg/ml),RSD 为 3.00%。

2.2.7 阴性对照试验 除不加当归外,其它药按原处方制备,并依照样品测定项下方法制备空白对照液并测定,结果表明,在阿魏酸出峰的时间无干扰峰存在。见图 1。

2.2.8 样品含量测定 按上法测定 3 批样品的含量,用外标法计算,结果见表 1。

表 1 益脑合剂中阿魏酸的含量($n=3$)

批号	含量(mg/ml)	RSD%
971119	0.0858	1.80
971121	0.0677	2.30
971125	0.0683	2.16



I 阿魏酸对照品 II 样品 III 缺当归阴性液

图1 HPLC 色谱图

2.2.9 回收率实验 采用加样回收率法,吸取益脑合剂 2ml,加入阿魏酸 0.12mg (0.04mg/ml 对照液 3ml),加水 15ml,摇匀,用乙醚萃取,按制备供试液方法制备,测定,结果见表 2。

表 2 加样回收率试验

样品中阿魏酸量(μg)	加入对照品量(μg)	测得总量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
150	120	272.1	100.77		
150	120	272.5	100.92		
150	120	272.8	101.37	100.73	1.39
150	120	272.1	100.74		
150	120	269.6	99.85		

3 讨论

3.1 益脑合剂组方较大,成分复杂,且粘稠度较大,我们采用乙醚和乙酸乙酯两种溶剂分别萃取后用高压液相色谱法测定含量,结果乙酸乙酯提取的样品测定结果不理想,因此选定用先加水稀释后再用乙醚提取样品的方法进行测定,结果较为满意,排除了制剂中其它成分的干扰。

3.2 本文所采用的测定制剂中阿魏酸的方法,简便快速,灵敏度高,重现性好,对控制制剂中当归的质量提供了可靠的依据,提高了药品的检测水平。

参考文献

- 1 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京:中国医药科技出版社,1994. 323

(收稿:1997-12-09)