

HPLC 法测定止痛药膜中阿魏酸的含量

杜守颖 朱弘如 吴清 王和东(北京中医药大学中药学院 北京 100029)

摘要 应用反相高效液相色谱法,以水(1%醋酸)-乙腈-甲醇(70:0.6:30)为流动相,测定了止痛药膜中阿魏酸的含量。其保留时间为 15.30min,平均加样回收率为 100.13%,RSD 为 1.01%。

关键词 止痛药膜 阿魏酸 HPLC

Quantitative Determination of Ferulic Acid in Anodyne Medicated Membrane by HPLC

Du Shouying, Zhu Hongru, Wu Qing, Wang Hedong (Beijing University of TCM, 100029)

Abstract: The content of ferulic acid in anodyne medicated membrane was determined by reverse phase HPLC. H₂O-1% HAC-MeCN-MeOH (70 : 0.6 : 30) was used as a mobile phase. The retention time was 15.3min. The recovery and RSD were 100.13% and 1.01%.

Key words: anodyne medicated membrane, ferulic acid, HPLC

止痛药膜主要由川芎、白芷、冰片、薄荷脑、松节油组成,具有行气活血、活络止痛的功效。经药理实验证明有明显的止痛、消炎、活血作用。其中川芎为君药,有效成分为阿魏酸。由于本品含有较多的赋形剂,用一般的方法提取,干扰较大。本文对药膜适当的处理后,用 HPLC 法测定止痛药膜中阿魏酸的含量,结果表明,该法回收率及重现性、精密度都较好,方法可靠准确。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪,510 型泵,490 型紫外检测器,745 型数据处理仪(美国);阿魏酸(购自中国药品生物制品检定所,供含量测定用);所用试剂均为色谱纯;止痛药膜(自制)。

2 色谱条件

YWGC₁₈ 色谱柱(4.6×250mm),流动相为水(1%醋酸)-乙腈-甲醇(70:0.6:30),流速为 1.0ml/min,检测波长 320nm,柱温为室温,灵敏度 0.05AUFS。色谱见图 1。

3 实验方法与结果

3.1 对照溶液的配制 精密称取阿魏酸对照品 12.84mg,甲醇定容于 2ml 容量瓶中,

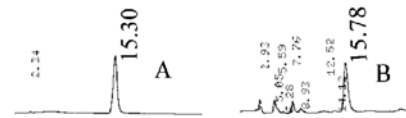


图 1 A 阿魏酸对照品色谱图 B 样品色谱图

吸取 100 μ l 定容于 10ml 容量瓶中,阿魏酸浓度为 0.0642mg/ml。

3.2 样品溶液的制备 精密称取样品 1g,加入 10ml 醋酸乙酯和 0.1ml 醋酸,精密称重,超声提取 30min,再称重,补足溶剂,精密吸取 5ml,水浴蒸干,加入 5ml 甲醇溶解,过 0.45 μ m 的微孔滤膜,作为样品溶液。

3.3 空白对照溶液 称取处方量缺川芎的其它药品,按样品的制备工艺制备药膜,并按上述样品溶液的制备方法制成空白对照溶液。

3.4 线性关系考察 精密吸取阿魏酸对照品溶液 0.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.0, 12.50 μ l 进样,按上述色谱条件测定,以峰面积为纵坐标,进样量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $Y=117151.30x-10080.81$, $r=0.9998$ 。线性范围为 0.16 μ g~0.82 μ g。

3.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液(浓

度为 0.0657mg/ml)7.5 μ l, 重复进样 5 次, 测定峰面积, 计算 *RSD* 为 0.71%。

3.6 加样回收率试验 精密称取已知含量的同一批号(960308)样品约 0.5g, 共 6 份, 分别加入阿魏酸对照品 0.657mg, 按照样品溶液的制备项下操作, 吸取 5 μ l 进样, 对照品溶液 7.5 μ l 进样, 在上述色谱条件下测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果

样品重 (mg)	样品中 阿魏酸量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	<i>RSD</i> (%)
790.8	0.350	1.002	99.27		
523.1	0.231	0.884	99.38		
655.8	0.290	0.945	99.67	100.13	1.01
788.3	0.349	1.003	99.63		
611.3	0.270	0.937	101.39		
717.2	0.317	0.984	101.45		

3.7 空白试验 精密吸取对照品溶液 5 μ l, 空白对照溶液 5 μ l, 进样, 结果表明, 在阿魏酸出峰时间, 无其它干扰峰存在。(图略)

3.8 重现性试验 称取同一批样品, 按 3.2 样品溶液的制备项下操作, 吸取对照品溶液 5 μ l, 样品溶液 5 μ l, 进样, 计算含量, \bar{x} = 0.52mg/g, *RSD* = 2.72%, *n* = 5。

3.9 样品测定 精密称取每批样品各 3 份, 按 3.8 重现性试验项下操作, 结果见表 2。

表 2 样品中阿魏酸含量(mg/g)

批号	阿魏酸含量			\bar{x}	<i>RSD</i> (%)
970218	0.51	0.53	0.53	0.52	2.2
970305	0.48	0.50	0.50	0.49	2.3
970315	0.45	0.47	0.45	0.46	2.5

4 讨论

4.1 样品前处理 文献报道川芎中阿魏酸 HPLC 法测定^[1,2], 多用甲醇、乙醇超声处理, 本样品曾试用甲醇、乙醇超声提取 30min, 甲醇提取液由于基质干扰成乳浊液, 无法制成澄明溶液, 乙醇处理液, 由于其他极性较大的成分存在, 阿魏酸出峰之后, 有许多其他峰出现, 延长了测定时间。实验表明本文前处理方法简单, 易行。

4.2 对照品纯度测定 精密称取阿魏酸对照品 6.7mg, 用甲醇定容于 10ml 容量瓶中, 吸取 20 μ l 进样, 按上述色谱条件测定, 以面积归一化法计算, 对照品纯度为 99.40%。

参考文献

- 1 陶建生, 谢树华, 徐莲英. 心脑血管胶囊中阿魏酸的定性鉴别与含量测定. 中成药, 1997, 19(4): 9
- 2 朱柏华, 彭中芳, 刘声波. 反相高效液相色谱法测定华佗再造丸中阿魏酸的含量. 中国中药杂志, 1997, 22(3): 164

(收稿: 1997-10-08)