

高效液相色谱法测定慈航颗粒中阿魏酸的含量

程东岩¹, 王隶书¹, 王海生¹, 刘永宏^{2*}

(1. 吉林省中医药科学院, 吉林 长春 130021; 2. 中国科学院南海海洋研究所, 广东 广州 510301)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱法测定慈航颗粒中阿魏酸的含量。方法: 色谱柱: 岛津 ODS-C₁₈ 柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 以乙腈-0.4% 磷酸溶液(16:84)为流动相, 检测波长为 319 nm, 柱温为 40 °C, 流速为 1.0 mL·min⁻¹。结果: 被测组分与相邻峰完全分离, 阿魏酸的线性范围为(0.039 4~0.472 8) μg, $r = 0.999 0$, 平均回收率为 98.3%, RSD= 1.81%。结论: 方法简便灵敏, 结果准确可靠, 可用于慈航颗粒的质量控制。

[关键词] 慈航颗粒; 阿魏酸; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2008)11-0016-02

慈航颗粒是由当归、川芎、益母草 3 味中药组成, 主要用于妇女经血不调、瘀痕痞块、产后血晕、恶露不尽等症。当归、川芎为方中主药, 其有效成分阿魏酸能抗血栓、抑制血小板聚集, 与本品的功能主治吻合, 故我们参阅相关文献^[1-3] 采用高效液相色谱法测定了制剂中有效成分阿魏酸的含量, 结果表明方法简便、准确, 可用于慈航颗粒的质量控制。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪; 紫外检测器; 阿魏酸对照品(供含量测定用, 批号: 0773-9910) 购于中国药品生物制品检定所; 慈航颗粒自制; 水为重蒸馏水, 乙腈为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取阿魏酸对照品 10 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 1.5 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(每 1 mL 含阿魏酸 15 μg)。

2.2 供试品溶液的制备 取装量差异项下的样品研细, 取约 0.2 g, 精密称定, 加乙酸乙酯-甲酸(100:1) 40 mL 回流提取 2 次(1 h、0.5 h), 滤过, 用 10 mL 乙酸乙酯-甲酸(100:1) 洗涤残渣及容器, 合并洗液及滤液, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 阴性对照溶液的制备 按处方配比称取 1/20

处方量药材, 照慈航颗粒制备工艺制备成缺当归、川芎的阴性样品。取阴性样品 0.203 8 g, 按 2.2 项下制备方法制成阴性对照溶液。

2.4 色谱条件 色谱柱: 岛津 ODS-C₁₈ 柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.4% 磷酸溶液(16:84); 检测波长: 319 nm; 柱温: 40 °C; 流速: 1.0 mL·min⁻¹。在此条件下慈航颗粒中阿魏酸峰与其他组分均能达到完全分离(分离度大于 1.5), 阴性样品在阿魏酸峰相应位置处无吸收峰, 表明阴性液对测定无干扰, 理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 4 000, 见图 1。

2.5 线性关系考察 精密称取阿魏酸对照品 9.85 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。精密吸取对照品溶液 1, 2, 4, 6, 8, 12 mL, 分别置 50 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为系列对照品溶液。分别吸取上述 6 份对照品溶液各 10 μL, 按 2.4 项下色谱条件进样测定。以进样量(μg) 为横坐标(X), 峰面积积分值为纵坐标(Y) 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 2.58 \times 10^6 X - 1.45 \times 10^4$, 相关系数 $r = 0.999 0$, 表明阿魏酸在(0.039 4~0.472 8) μg 之间线性关系良好。

2.6 精密度实验 取同一样品供试液 10 μL, 重复进样 6 次, 结果阿魏酸峰面积积分值的 RSD 为 0.97%。

2.7 稳定性实验 取同一样品供试液 10 μL, 分别于 0, 1, 2, 4, 6, 8 h 进样测定, 结果供试液在 8 h 内稳定, RSD= 1.57%。

2.8 重复性实验 取同一批号样品 6 份, 依 2.2 项

[收稿日期] 2007-11-05

[通讯作者] * 刘永宏, Tel: (020) 89023244; E-mail: yonghongliu@scsio.ac.cn

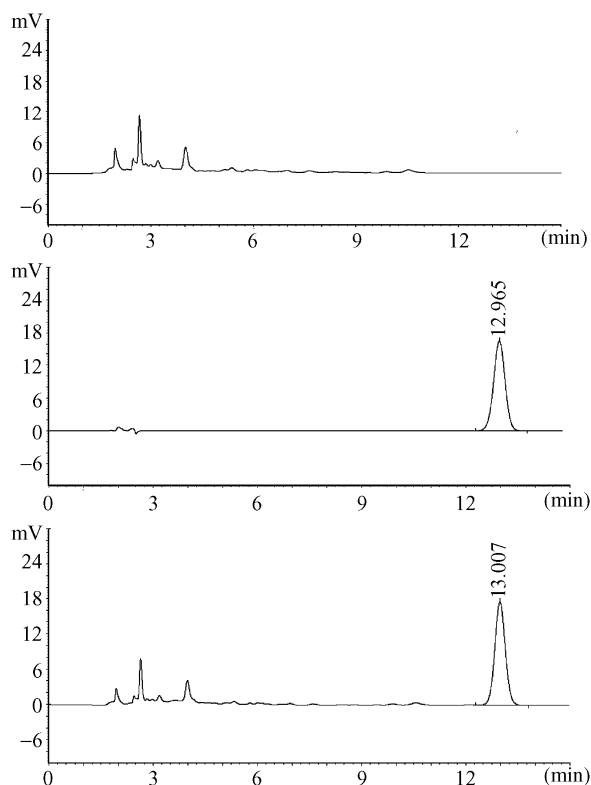


图 1 慈航颗粒阿魏酸含量测定 HPLC 色谱图
1 阴性样品; 2 对照品; 3 样品

下方法制备 6 份供试液。取上述 6 份供试液 10 mL, 依 2.4 项下色谱条件进样测定, 结果阿魏酸含量为 1.14 mg/袋, RSD= 1.98%, 重复性好。

2.9 回收率实验 在已知含量的成品粉末中, 定量加入阿魏酸对照品溶液 ($0.076 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 1 mL, 依

表 1 阿魏酸含量测定回收率测定结果

样品称量(g)	样品原有量(mg)	加入对照品量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
0.205 4	0.078	0.076	0.152	97.4	98.3	1.81
0.185 0	0.070	0.076	0.144	97.4		
0.200 9	0.076	0.076	0.153	101.3		
0.208 5	0.079	0.076	0.154	98.7		
0.200 5	0.076	0.076	0.151	98.7		
0.209 7	0.079	0.076	0.152	96.1		

2.2 项下方法制备 6 份供试液。取上述 6 份供试液 5 mL, 依 2.4 项下色谱条件进样测定, 结果见表 1。

根据上述测定结果可知, 本方法平均回收率为 98.3%, 且 RSD < 2%, 说明用该方法测定慈航颗粒中阿魏酸含量可行。

2.10 样品测定 精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 mL, 注入液相色谱仪, 依 2.4 项下色谱条件进样测定, 测定结果见表 2。

表 2 慈航颗粒中阿魏酸含量测定结果(mg/袋)

编号	1	2	\bar{x}
1	1.22	1.26	1.24
2	1.16	1.13	1.15
3	1.37	1.39	1.38

3 讨论

紫外光谱图显示阿魏酸在 319 nm 波长处有最大吸收, 故选定 319 nm 为测定波长。

以甲醇-水为流动相时, 峰形宽, 理论塔板数偏低; 以乙腈-水为流动相分离效果尚可, 但有拖尾现象, 而在水中加入磷酸后峰形得到明显改善, 故采用乙腈-0.4% 磷酸溶液作为流动相。

[参考文献]

- [1] 马连英, 于秀华, 李长惠. 高效液相色谱法测定血府逐瘀口服液中阿魏酸含量[J]. 中国药业, 2006, 15(16): 28.
- [2] 韩建伟, 高华宏, 乔明. 高效液相色谱法测定通脉活络丸中阿魏酸的含量研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(9): 22.
- [3] 谢秉湘, 陈静. 高效液相色谱法测定妇科十味片中阿魏酸的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(9): 23.