

# 高效液相色谱测定克郁舒神颗粒中阿魏酸含量

王 博<sup>1</sup>, 滕利荣<sup>1</sup>, 王 健<sup>2</sup>, 王 琦<sup>3</sup>, 张 吉<sup>1</sup>, 孟庆繁<sup>1</sup>, 高 波<sup>1\*</sup>

(1. 吉林大学生命科学学院, 吉林 长春 130012; 2. 长春中医药大学附属医院,  
吉林 长春 130021; 3. 吉林省医疗器械检验所, 吉林 长春 130022)

[摘要] 目的: 建立克郁舒神颗粒中阿魏酸含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法测定克郁舒神颗粒中阿魏酸的含量。以 C<sub>18</sub> 化学键合硅胶为固定相, 甲醇- 0.05% 冰醋酸(2:3 v/v) 为流动相, 检测波长为 320 nm。结果: 阿魏酸在(0.5~ 5) μg 进样量与峰面积呈良好的线性关系,  $r = 0.9997$ 。平均回收率为 99.78%, RSD 为 0.47%, 精密密度试验的 RSD 为 2.03%。结论: 该方法结果准确, 重复性好, 可用于克郁舒神颗粒中阿魏酸的含量测定。

[关键词] 克郁舒神颗粒; 阿魏酸; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)11-0011-02

[收稿日期] 2007-03-21  
[基金项目] 吉林省教育厅科研计划(吉教科合字(2006)第 50 号); 吉林省科技厅项目(20060561)  
[通讯作者] \* 高波, Tel: (0431) 5168644-617; E-mail: gaobo@jlu.edu.cn

克郁舒神颗粒由川芎、茯苓、香附等药组成, 为临床有效的医院制剂方, 具有养血活血, 行气止痛之功效, 主治恶劣心境。为了有效控制其质量, 本文采用高效液相色谱法(HPLC)对方中之臣药川芎进行定量测定, 从而为制定其质量标准提供依据<sup>[1]</sup>。

## 1 仪器与试剂

Waters 600 高效液相色谱仪, Waters 2487 双通道检测器, JS-3030 色谱工作站

克郁舒神颗粒(由长春中医学院附属医院药剂室制备);阿魏酸对照品(由中国药品生物制品检定所提供,批号 110749-200309);甲醇(色谱纯);水(重蒸水);其它试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件**<sup>[2]</sup> 色谱柱为化学键合型十八烷基 C<sub>18</sub>柱(10 μm, 150 mm × 4.6 mm);流动相为甲醇-0.05%冰乙酸(2:3 v/v);检测波长为 320 nm;柱温 25℃;流速 0.5 mL·min<sup>-1</sup>;进样量为 10 μL。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取阿魏酸对照品适量,加 2% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液制成每 1 mL 含 100 μg 的溶液,即得。

**2.3 供试品溶液的制备**<sup>[3]</sup> 取本品粉末约 10 g,精密称定,用 50%乙醇-1%冰乙酸-49%水加热回流提取。提取液用乙醚萃取 3 次,每次 100 mL。合并萃取液,挥干乙醚后的残渣加 2% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液使溶解,滤过,既得。

**2.4 阴性样品溶液的制备** 按照克郁舒神颗粒的制备工艺制备不含川芎的颗粒,按供试品溶液制备方法制备,测定。比较对照品溶液 HPLC 色谱及样品溶液 HPLC 色谱,结果阴性对照品中其他成分对阿魏酸峰无干扰。

**2.5 线性关系考察** 精密吸取浓度分别为 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 μg·mL<sup>-1</sup> 的对照品 10 μL,注入色谱仪,测定峰面积。得回归方程为:  $Y = 2 \times 10^8 X - 2 \times 10^6$ , 相关系数  $r = 0.9997$ 。结果表明,阿魏酸进样量在(0.5~5) μg 进样量与峰面积呈良好的线性关系。

**2.6 精密度试验** 精密吸取阿魏酸对照品溶液(浓度为 0.1 μg·mL<sup>-1</sup>) 10 μL,重复进样 6 次,测定峰面积, RSD 为 2.03%。

**2.7 稳定性试验** 取样品溶液于 0, 2, 4, 6, 24 h 时进样测定,阿魏酸含量的 RSD 为 0.72%。结果表明本品在(0~24) h 内基本稳定。

**2.8 重复性试验** 取本品 5 份,照样品测定方法制备与测定,结果阿魏酸平均含量为 0.019%, RSD 为 1.73%。

**2.9 加样回收率** 精密称取已知含量的样品 10 g,精密加入一定的阿魏酸对照品含量,按样品溶液的制备制成供试品,计算回收率, RSD = 0.47%, 平均回收率 = 99.78%, 故认为此方法可用于测定阿魏酸的

含量。结果见表 1。

表 1 克郁舒神颗粒中阿魏酸加样回收率

样品中含量(μg)	加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)
0.177	1	1.164	98.89
0.177	2	2.173	99.82
0.177	3	3.184	100.22
0.177	4	4.183	100.14
0.177	5	5.167	99.81
平均值			99.78
RSD(%)			0.47

**2.10 样品测定** 分别精密吸取对照品溶液与样品溶液各 10 μL,注入高效液相色谱仪,图谱见图 1~2。3 批样品测定阿魏酸含量,结果分别为 0.016%, 0.021%, 0.017%。

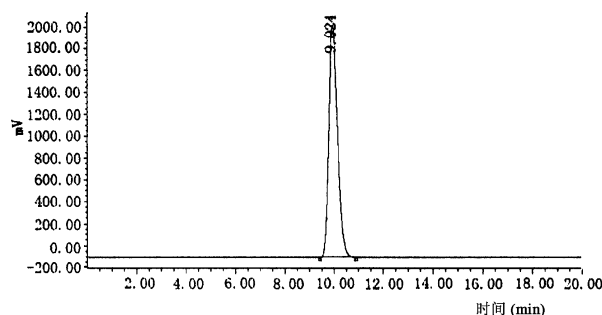


图 1 对照品 HPLC 色谱图

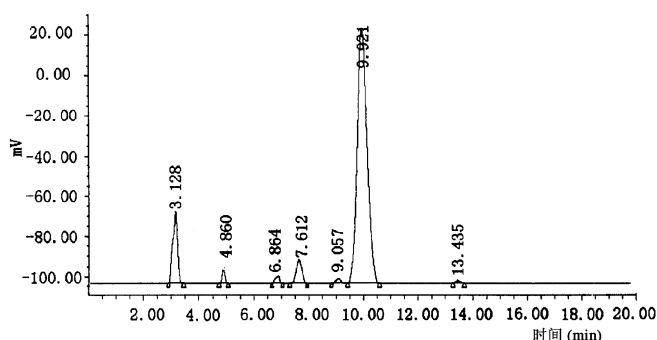


图 2 样品 HPLC 色谱图

## 3 讨论

阿魏酸为带有一个苯环的有机酸,在溶解性方面易溶于乙醇、乙醚等中等极性的有机溶剂,因此在提取过程中,使用乙醇进行提取。本法采用 HPLC 测定克郁舒神颗粒中阿魏酸的含量,方法简单可靠,易于操作,重现性好,根据本法的测定结果,可作为克郁舒神颗粒中川芎的质量控制标准。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部,北京:化学工业出版社,2000. 201.
- [2] 林启寿. 中草药成分化学[M]. 北京:科学出版社,1977. 614-616.
- [3] 贾晓斌,施亚芳,黄一平,等. 当归和川芎中阿魏酸高效液相色谱测定方法的改进[J]. 中成药,1998, 20(6): 37-38.