

脑复清胶囊中阿魏酸的含量测定研究*

都述虎 金继曙(合肥 230061 安徽省医学科学研究所)

摘要 目的:建立薄层扫描法测定脑复清胶囊中阿魏酸含量的方法。方法:采用碱水提取,酸化后以醋酸乙酯萃取脑复清胶囊中阿魏酸,薄层扫描法测定含量。结果:本方法线性方程为 $y=127997.95x+1090.60$, $r=0.9996$ ($n=5$),线性范围 $0.50\sim 2.53\mu\text{g}$,同板精密度试验: $RSD=4.40\%$ ($n=5$),异板精密度试验: $RSD=4.65\%$ ($n=5$),平均加样回收率 98.28% 。结论:薄层扫描法可作为脑复清胶囊中阿魏酸的含量测定方法,本实验研究为该产品的质量控制在提供了可靠依据。
关键词 脑复清胶囊;阿魏酸;薄层扫描法

Determination of ferulic acid in Naofuqing capsule by TLC scanning method

Du Shuhu(Du SH) ,Jin Jishu(Jin JS) (*Anhui Institute of Medical Sciences , Hefei 230061*)

ABSTRACT **OBJECTIVE:**To establish a convenient and efficient method for the determination of ferulic acid in Naofuqing capsule .
METHODS:Ferulic acid in Naofuqing capsule was extracted with ethyl acetate by alkalization and acidification ,and determined by TLC scanning method .**RESULTS:**The regression equation was $y=127997.95x+1090.60$, $r=0.9996$,($0.50\sim 2.53\mu\text{g}$) .The average recovery is 98.28% ($RSD\ 2.83\%$) .
CONCLUSION:The discribed method is simple ,rapid and accurate for the determination of ferulic acid in Naofuqing capsule .
KEY WORDS Naofuqing capsule ,ferulic acid ,TLC scanning method

脑复清胶囊是由当归、芍药等六味中药研制成的新的复方制剂,具有养血柔肝、健脾化痰、通畅血脉等功效。临床用于治疗老年性痴呆取得了初步疗效。为了控制制剂的质量,我们对其有效成分之一的阿魏酸用薄层扫描法测定了含量。

1 仪器和试剂

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津);定量毛细管(美国 DRUMMOND);百万分之一电子天平(美国 PE 公司 AD-2 型);HSG 薄层板(山东烟台化工所试验厂);阿魏酸对照品(中国生物制品检定所);脑复清胶囊(合肥神鹿药业有限公司,批号 980104 980108;自制品,980102);所用试剂均为分析纯。

2 溶液制备

2.1 对照品溶液的制备

精密称取阿魏酸对照品约 0.5mg ,加乙醇适量定容于 1ml 量瓶中,摇匀,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备

取本品 10 粒,精密称取内容物,加层析硅胶 5g ,拌匀,再中国现代应用药学杂志 2001 年 2 月第 18 卷第 1 期

加饱和碳酸氢钠溶液 30ml 研磨 30min ,滤过,滤液,先用乙醚提取三次,每次 30ml ,再用醋酸乙酯提取三次,每次 30ml ,弃去乙醚-醋酸乙酯提取液,碱液层用盐酸调节 $\text{pH}3\sim 4$,加醋酸乙酯提取三次,每次 30ml ,合并提取液,用水洗涤两次,每次 10ml ,弃去水洗液,醋酸乙酯提取液加适量无水硫酸钠干燥 24h 后,滤过,滤液回收醋酸乙酯,蒸干,残渣用乙醇分次溶解定容于 5ml 量瓶中,摇匀,作为供试品溶液。

2.3 空白对照液的制备

称取不含当归的处方量的其它药材,按样品的制备工艺及供试品溶液的制备方法同法制备,作为空白对照液。

3 实验条件

3.1 薄层层析条件

HSG 薄层板: $20\text{cm}\times 10\text{cm}\times 0.4\text{mm}$, $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 活化 30min 。

展开剂:苯-醋酸乙酯-甲酸 ($40:10:1$), $25\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下展开,

* 安徽省“九五”攻关项目第 9613010-1 号

展距 18cm。

显色:365nm 紫外灯下显蓝紫色荧光斑点,空白对照不干扰测定。

3.2 波长的选择

将阿魏酸对照品溶液、供试品溶液、空白对照液点于同一块薄层板上,展开,在 365nm 紫外灯下定位,于 200 ~ 400nm 范围内进行光谱扫描,确定 $\lambda_s = 322\text{nm}$, $\lambda_R = 370\text{nm}$ (见图 1)。

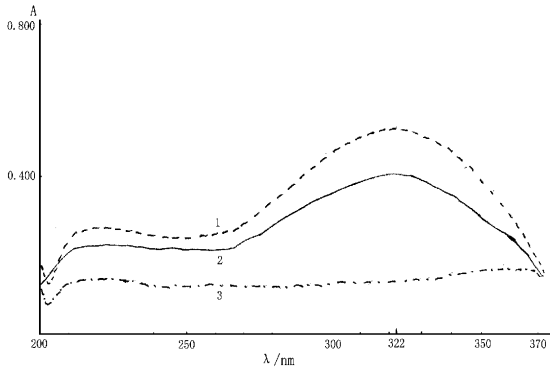


图 1 阿魏酸光谱图
1 - 阿魏酸对照品;2 - 供试品;3 - 空白

4 方法与结果

4.1 线性关系

精密吸取阿魏酸对照品溶液 1,2,3,4 和 5 μl 分别点于同一薄层板上,展开,定位,作双波长锯齿扫描,以点样量为横坐标,斑点积分值为纵坐标,由计算机程序求得回归方程 $y = 127997.95x + 1090.60$, $r = 0.9996$ ($n = 5$)。结果表明, $SX = 3$ 时,在 0.50 ~ 2.53 μg 范围内,点样量与峰面积的线性良好。

4.2 精密度试验

4.2.1 同板精密度试验 精密吸取同批供试品液 2 μl 在同一块薄层板上点 5 个相同量点,依法测定分别为 150194.10, 159683.20, 151586.90, 152562.40 和 140940.80,结果 $RSD = 4.40\%$ ($n = 5$)。

4.2.2 异板精密度试验 精密吸取同批供试品液 2 μl 分别点于 5 块薄层板上,依法测定分别为 160104.00, 168968.10, 162598.80, 169573.50 和 151069.60,结果 $RSD = 4.65\%$ ($n = 5$)。

4.3 稳定性试验

精密吸取供试品液 2 μl ,点样,展开,晾干后立即扫描测定,并在室温下每隔 30min 扫描一次。结果在 0.5 ~ 2.0h 内,峰面积积分值基本不变(107433.40, 107096.20, 107086.10, 106605.80, 106062.30, 104108.30), $RSD = 1.17\%$ 。

4.4 重复性试验

取同一批号的样品,依法重复测定阿魏酸含量 5 次,分别为 0.185, 0.179, 0.189, 0.187 和 0.186(mg/ 粒),结果 $RSD = 2.42\%$ ($n = 5$)。

4.5 回收率试验

采用加样回收法,取同一批号的样品 5 份,每份 5 粒,倾出内容物,分别精密称定,再分别加入一定量阿魏酸对照品,以下操作同供试品溶液的制备及含量测定。结果见表 1。

4.6 样品含量测定

表 1 加样回收率测定结果

取样量 / g	供试品含有量 / mg	对照品加入量 / mg	测得总量 / mg	回收率 / %	平均回收率 / %	RSD / %
4.0810	1.020	1.014	2.053	101.89		
4.0660	1.010	0.957	1.932	96.36		
4.0046	0.981	0.980	1.946	98.48	98.28	2.83
4.0012	0.980	0.995	1.973	99.84		
3.9998	0.981	0.961	1.892	94.84		

在同一块薄层板上交叉点对对照品液 15 μl 和供试品液 3 μl 各 3 点,依法展开,扫描,采用外标两点法计算其含量,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批 号	含量(mg/ 粒)	平均含量(mg/ 粒)
980102	0.188	0.185
	0.186	
	0.181	
980104	0.150	0.152
	0.154	
	0.152	
980108	0.101	0.098
	0.096	
	0.097	

5 讨 论

5.1 测定制剂中阿魏酸含量主要有薄层扫描法和 HPLC 法^[1]。本文根据本制剂特点,经研究建立了薄层扫描法测定阿魏酸含量,为控制脑复清胶囊质量提供了有效方法。

5.2 薄层展开时,展距应在 12cm 以上,否则影响分离效果。

5.3 文献^[2]报道 λ_R 为 260nm 365nm,本文确定 λ_R 为 370nm,测定时无干扰。

参考文献

1 陈发奎.常用中草药有效成分含量测定.第 1 版.北京:人民卫生出版社,1997: 76 ;227.
2 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究.第 1 版.北京:中国医药科技出版社,1994: 114 ;325.

收稿日期:1999 - 10 - 15