

经痛消片中阿魏酸的定量方法研究

赵平鸽¹, 宋俊英² (1. 义乌市中心医院, 浙江 义乌 322000; 2. 义乌市中医医院, 浙江 义乌 322000)

摘要: 采用 HPLC 法测定经痛消片中阿魏酸含量。流动相: 甲醇-0.2% 醋酸(40: 60), 检测波长: 320nm, 线性范围 0.07 ~ 0.42 μ g, $r = 0.9998$, 平均回收率 98.96%, RSD=1.87%。本法灵敏、专属性高、重现性好, 可作为制剂质量控制指标之一。

关键词: 经痛消片; 阿魏酸; HPLC 法

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2004)02-0155-02

Determination of ferulic acid in Jingtongxiao tablets

ZAO Ping-ge, SONG Jun-ying (1. Central Hospital of Yiwu, Yiwu 322000, China; 2. Yiwu Hospital of Chinese Traditional Medicine Yiwu 322000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop HPLC method for determination of ferulic acid in Jingtongxiao tablets. **METHOD** The method was performed on C₁₈ column, methanol - 0.2% acetic acid (60: 40) was used as mobile phase, the detection wavelength was 320 nm. **RESULTS**

The assay was linear over the range of 0.07 ~ 0.42 μ g, $r = 0.9998$. The average recovery was 98.96% with the RSD=1.87%. **CONCLUSION** The method developed is accurate, sensitive and repeatable. It can be applied to the quality control of Jingtongxiao tablets.

KEY WORDS: Jingtongxiao tablets; ferulic acid; HPLC

经痛消片由当归、川芎、益母草、香附等药组成, 具有凉血、收敛、消炎的功能。当归为方中的主药, 具有活血调经的功效, 其特征性成分阿魏酸与川芎共有, 化学性质较稳定, 含量也相对较高, 因此, 选作为本品的定量指标。原标准中没有含量测定, 为提高原制剂的质量标准, 本实验采用高效液相法, 建立一种灵敏、专属性高、重现性好的方法, 测定制剂中的阿魏酸含量。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪, 1525 Binary Pump 高压梯度泵, Rheodyne 7725iw/1500 Mount 进样阀, 2487 Dual Wavelength UV Detector 检测器, Breeze data management software Add on kit 液相色谱工作站。

经痛消片(广东怡康制药有限公司); 阿魏酸对照品: 中国药品生物制品检定所, 供含量测定用。甲醇(色谱纯): 天津市科密欧科技有限公司; 其他试剂: 均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

C₁₈ 色谱柱(5 μ m, 4.6 mm \times 150 mm, 大连依利特)。流动相: 甲醇-0.2% 醋酸(40: 60), 检测波长 320 nm; 流速 1.0 mL/min, 按上述条件分析, 结果样品峰与干扰峰完全分开, 峰形对称, 且阴性无干扰。

2.2 标准曲线的绘制

分别精密吸取 28 μ g/mL 阿魏酸对照品溶液 2.5, 5, 10, 12.5, 15 μ L, 按[含量测定]项下色谱条件测定峰面积。以峰面积积分为纵坐标, 阿魏酸的量为横坐标绘制标准曲线, 计算其回归方程为:

$$y = (4.35e + 007)x + (3.97e + 004) \quad \text{相关系数 } r =$$

中国现代应用药学杂志 2004 年 4 月第 21 卷第 2 期

0.9998。表明阿魏酸在 0.07 ~ 0.42 μ g 范围内具有良好的线性关系。

2.3 稳定性试验

取同一供试品, 按“2.7”项下操作, 制备供试品和对照品, 分别在 0, 1, 3, 5, 7h 进样测定其含量, RSD 为 2.59%, 表明样品 7h 内稳定。

2.4 精密度试验

精密吸取供试品溶液 10 μ L, 重复进样 5 次, 测定其峰面积, 结果得 RSD 为 2.50%, 可知仪器的精密度符合要求。

2.5 重现性

取同一批供试品, 按“2.7”项下操作, 重复测定 5 次, 其 RSD 为 1.10%, 由此说明方法重现性较好。

2.6 回收率试验

采用加样回收法, 精密称取已知含量样品(156.30 μ g/g) 0.25g, 定量加入浓度 39.0 μ g/mL 的阿魏酸对照品 1 mL, 按“2.1”项下方法进行测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率试验测定结果

Tab 1 The result of recovery test

称样量 (g)	样品含量 (μ g)	对照品加入量 (μ g)	测得量 (μ g)	回收率 (%)
0.2512	39.2626	39.0	78.32	100.15
0.2536	39.6377	39.0	79.21	101.47
0.2487	38.8718	39.0	76.71	97.02
0.2500	39.0750	39.0	77.55	98.65
0.2492	38.9500	39.0	76.98	97.51

平均回收率 = 98.96%, $n = 5$, RSD = 1.87%

2.7 样品测定

取本品 20 片除去糖衣, 研细, 精密称定约 0.5g, 置具塞

锥形瓶中,加甲醇-醋酸乙酯(95:5)溶液50 mL,超声提取30 min,过滤,洗涤容器及残渣,合并滤液和洗液,置蒸发皿中,水浴挥干溶剂,残渣加水20 mL溶解,定量转移至60 mL分液漏斗中,用醋酸乙酯萃取4次(25,20,20,10 mL),合并萃取液,置蒸发皿中,水浴挥干,残渣加甲醇溶解,定量转移至5 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,作为供试品溶液。

表2 样品含量测定结果

Tab 2 The results of sample determination

批号	含量(μg /片)
020601	42.55
020702	50.23
020805	37.91

3 讨论

3.1 采用不同比例的流动相:甲醇-0.2%醋酸(30:60,35:65,40:60,45:55)作比较,结果是甲醇-0.2%醋酸(40:60)为流动相,分离效果最佳。

3.2 供试品曾分别超声波处理,加热回流的提取方法,结果加热回流与超声所制备的供试品溶液含量基本一致,故选择方法较为简单的超声波提取法。不同时间超声波提取,结果表明,提取30 min后,含量测定值较高且稳定。

3.3 样品用醋酸乙酯提取后,减少了杂质干扰,使结果更可靠。且用醋酸乙酯萃取4次(25,20,20,10 mL)后,再用醋酸乙酯10 mL继续萃取,此萃取液挥干溶剂,加甲醇溶解,按上述色谱条件测定,已无法检测到阿魏酸,所以确定上述萃取方法。

收稿日期:2003-08-20