

高效液相色谱法测定妇科调经片中阿魏酸的含量

刘永利,李冬梅,袁浩,冯丽(河北省药品检验所,石家庄 050011)

摘要:目的 建立妇科调经片中阿魏酸的 HPLC测定方法。方法 C_{18} 柱(Shim-pack, 6.0×150 mm, 5μ m),甲醇-0.1%磷酸溶液(30:70)为流动相,检测波长 320 nm,流速: $1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。结果 此方法在浓度 $0.020 \sim 2.036 \mu\text{g}$ 范围内线性关系良好,平均加样回收率为 100.0%, RSD为 1.55%。结论 本方法可用于妇科调经片中阿魏酸的含量监控。

关键词: 高效液相色谱;阿魏酸;妇科调经片

中图分类号: R917.720.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)05-0390-03

Determination of ferulic acid in Fuke Tiaojing tablets by HPLC

LIU Yong-li, LI Dong-mei, YUAN Hao, FENG Li(Hebei Institute for Drug Control, Shijiazhuang, 050011, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of ferulic acid in Fuke Tiaojing tablets. **METHODS** The C_{18} column was used in this method, and a mixture of methanol and 0.1% phosphoric acid solution (30:70) was used as a mobile phase, detection wavelength was 320 nm. **RESULTS** This method showed a good linear relationship, the mean recovery was 100.0%. **CONCLUSION** This method can be used for the quality control of Fuke Tiaojing tablets.

KEY WORDS: HPLC; ferulic acid; Fuke Tiaojing tablets

妇科调经片为《卫生部药品标准》中药成方制剂第五册收载品种,原质量标准中只有一项 TLC鉴别,不能很好地控制药品质量,为保证人民用药安全、有效,建立了用 HPLC法测定该制剂中君药当归所含主要成分阿魏酸含量的方法^[1-3]。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(Shimadzu LC-10AD,单元泵,紫外检测器),阿魏酸对照品(批号:0773-200202,供含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供,甲醇为色谱纯,水为去离子水,其他试剂均为分析纯。

样品由石家庄乐仁堂制药有限责任公司、唐山市第三制

药厂、广西桂西玉兰制药有限公司、太极集团四川绵阳制药有限公司、桂林三金集团股份有限公司和雷氏药业上海中药制药二厂提供,阴性样品自制。

2 色谱条件

C_{18} 柱(Shim-Pack, $6.0 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$),甲醇-0.1%磷酸溶液(30:70)为流动相,检测波长 320 nm。流速: $1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$,理论板数按阿魏酸峰计,应不低于 8 000。对照品、样品及阴性色谱图见图 1。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备

作者简介:刘永利(1973~),男,河北省无极县人,主管药师,1996年毕业于中国药科大学,主要从事药品质量控制及药品标准研究工作。

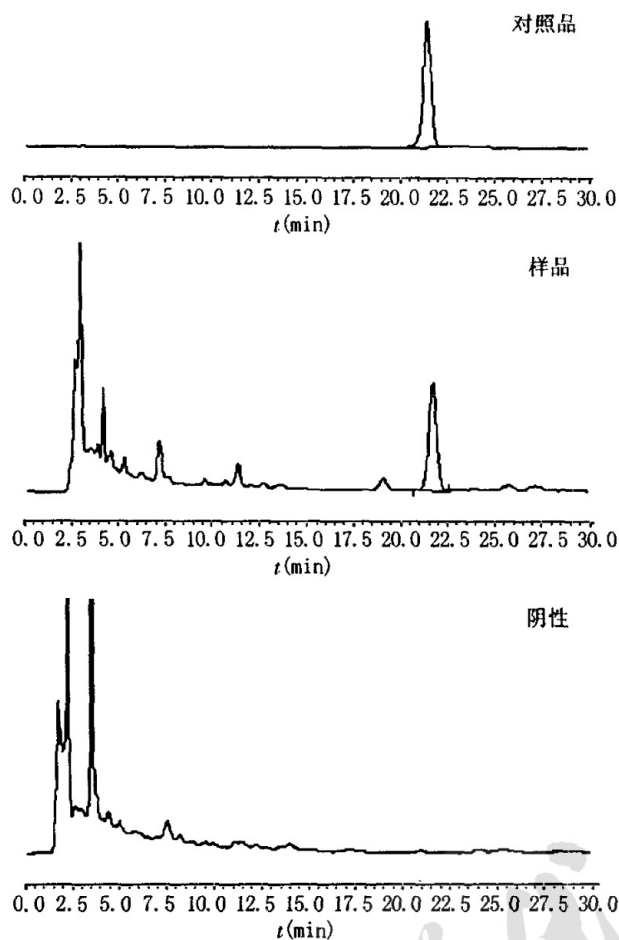


图 1 对照品、样品、阴性色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms of reference, sample and negative sample

精密称取阿魏酸对照品 0.01018g 置 10mL 棕色量瓶中, 加甲醇适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1mL 至 10mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

3.2 测定波长的选择

取阿魏酸对照品溶液, 在 200~400nm 进行光谱扫描, 结果在 320nm 处有最大吸收, 所以选择 320nm 作为检测波长。

3.3 提取条件的选择

取本品, 按正文方法制备供试品溶液, 超声时间分别为 30 60 90min, 测定其含量分别为 0.22 0.24 0.24mg·g⁻¹, 并考察了浸泡过夜对含量的影响, 根据测定结果, 确定超声时间为 60min。

3.4 标准曲线的制备

精密吸取不同浓度的阿魏酸对照品溶液, 注入液相色谱仪, 记录峰面积, 以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 计算回归方程为 $Y = 5766828.4X - 22913.7$, $r = 0.9998$ 。表明阿魏酸在 0.0203~0.2036μg 范围内呈良好的线性关系。

3.5 稳定性试验

取同一供试品溶液于 0h 开始测定, 以后间隔一定时间测定 1 次, 结果 RSD 为 1.74%, 表明供试品溶液至少在 18h 内稳定。

3.6 精密度试验

取同一份对照品溶液进样 5 次, 测定峰面积, 结果 RSD 为 0.77%。

3.7 重复性试验

取同一批 (批号: 20000304) 样品, 分别精密称取 0.8 1.0 1.2g 各取 3 份, 按样品测定项下方法制备供试品溶液, 分别测定含量, 结果 RSD 为 1.72%。

3.8 回收率试验

精密称取已知含量的样品 (含量为 0.24mg·g⁻¹) 0.5g 精密加入不同浓度的对照品溶液 15mL, 按样品测定项下方法测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 加样回收率试验测定结果

Tab 1 The results of recovery

	取样量 /g	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 /%	RSD /%
1	0.5085	0.1220	0.07635	0.1999	102.03		
2	0.5003	0.1201	0.07635	0.1959	99.28		
3	0.5012	0.1203	0.07635	0.1969	100.33		
4	0.5023	0.1206	0.12216	0.2413	98.80		
5	0.5027	0.1206	0.12216	0.2413	98.80	100.03	1.55
6	0.5015	0.1204	0.12216	0.2456	102.49		
7	0.5005	0.1201	0.1509	0.2714	100.27		
8	0.5019	0.1205	0.1509	0.2680	97.75		
9	0.5002	0.1200	0.1509	0.2718	100.60		

3.9 样品测定

取本品 10 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 取 1g 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加甲醇 15mL, 称定重量, 超声处理 (功率: 160W, 频率: 50kHz) 60min 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 作为供试品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 10μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。结果见表 2。

表 2 样品测定结果 (n=2)

Tab 2 The results of sample determination (n=2)

厂 家	批 号	含量 /mg·片 ⁻¹
石家庄乐仁堂制药有限责任公司	020301	0.036
石家庄乐仁堂制药有限责任公司	020323	0.030
石家庄乐仁堂制药有限责任公司	011229	0.034
唐山市第三制药厂	020603	0.055
唐山市第三制药厂	020602	0.049
唐山市第三制药厂	020601	0.043
广西桂西玉兰制药有限公司	021204	0.003
太极集团四川绵阳制药有限公司	200301002	0.022
太极集团四川绵阳制药有限公司	200302003	0.005
太极集团四川绵阳制药有限公司	200301001	0.006
桂林三金集团股份有限公司	030301	0.006
桂林三金集团股份有限公司	020801	0.004
桂林三金集团股份有限公司	030103	0.009
雷氏药业上海中药制药二厂	20000405	0.096
雷氏药业上海中药制药二厂	20000506	0.095

4 讨论

4.1 本方中川芎中也含有阿魏酸, 所以采用当归、川芎双阴

性作为阴性对照。

4.2 阿魏酸对照品溶液稳定性考察。用甲醇作溶剂,置棕色量瓶中,阿魏酸对照品溶液室温 48h内峰面积是稳定的,置冰箱内保存(4℃),其峰面积在1周内能保持稳定;置普通量瓶中,室温 20h内稳定。因此,阿魏酸对照品溶液应配制在棕色量瓶中。

4.3 各厂家样品测定结果差异较大,可能是由于当归中阿魏酸含量差异较大,而中国药典 2000年版一部^[4]未限制当归中阿魏酸含量所致。

参考文献

- [1] 黄罗生,郭健新,刘咏梅,等. HPLC法测定阿魏酸含量的探讨 [J].中成药,2004,26(2):134-136.
- [2] 李琰,徐丽珍,林佳,等. 不同产地当归中阿魏酸的含量比较 [J].中国药学杂志,2003,38(11):838-840.
- [3] 高晓燕,孟艳彬,赵春颖. 养阴镇静片中阿魏酸的含量测定 [J].中国现代应用药学杂志,2003,20(6):501-502.
- [4] 中国药典 2000年版[S]. 一部.2000:101.

收稿日期:2005-04-26