

高效液相色谱法测定痛经宝颗粒中阿魏酸的含量

王富丽, 袁振营, 陈洪英

(河南宛西制药股份有限公司, 西峡 474550)

摘要: 采用高效液相色谱法测量痛经宝颗粒中阿魏酸的含量, 用 HYPERSIL ODS 柱, 以甲醇-乙腈-1% 冰醋酸(25: 25: 20) 为流动相, 流速为 1ml/min, 检测波长为 313nm 进行测定, 结果表明, 阿魏酸在 0.15~ 0.8μg 之间线性关系良好, 相关系数 $r = 0.9996$, 回收率 99.6%, 测定 $RSD\% = 2.03\%$, 本法简便、准确、灵敏、重现性好, 其它组分对测定无干扰, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 痛经宝颗粒; 阿魏酸

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** D **文章编号:** 1005-9903(2001)02-0015-02

痛经宝颗粒是由当归、红花、丹参、延胡索等 9 味活血、止痛药组成。当归为本制剂中主要中药之一, 而阿魏酸为当归中主要有效成分。文献报道^[1,2]: 阿魏酸的含量测定大多采用薄层扫描法, 费时, 而笔者采用高效液相色谱法对制剂中的阿魏酸进行含量测定, 方法准确、快速、可行, 得到了满意的结果。

1 仪器与材料

HP1100 高效液相色谱仪, VWD 紫外检测器, HP3395 积分仪

阿魏酸对照品由中国药品生物制品检定所提供, 试剂: 甲醇、乙腈为色谱级, 其余为 AR 级, 痛经宝颗粒为本公司生产。

2 色谱条件

HYDERSIL ODS 柱(4mm × 250mm), 流动相: 甲醇-乙腈-1% 冰醋酸水溶液(25: 25: 20), 流速: 1ml/min, 检测波长 313nm, 柱温 20℃。

3 测定方法及结果

3.1 对照品溶液的制备 精密称取阿魏酸对照品 3.06mg, 加甲醇溶解并稀释至 10ml, 精密量取 1ml 于 10ml 量瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 浓度为 0.0306mg/ml。

3.2 样品溶液的制备 取本品适量, 研细, 准确称取 5.11g, 置索氏提取器中, 加 50ml 乙酸乙酯-甲酸(9.5: 0.5), 连续提取 6h, 提取液回收至干, 加适量甲醇使溶解, 滤过、洗涤, 定量转移至 10ml 量瓶中加甲醇稀释至刻度, 摇匀。并用 0.45μm 滤膜滤过, 作为

样品溶液。

3.3 阴性对照溶液的制备 按处方量制备不含当归药材的阴性样品, 按样品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。分别精密吸取对照品溶液、样品溶液、阴性对照溶液各 10μl, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 结果表明阴性对照溶液对样品溶液无干扰。

3.4 线性关系考察 在上述色谱条件下, 分别吸取对照品溶液 5、10、15、20、25μl 注入高效液相色谱仪中进行分析, 以对照品峰面积为纵坐标, 进样量(μg) 为横坐标绘制标准曲线, 经回归结果阿魏酸在 0.15~ 0.8μg 间呈良好的线性关系, $Y = 7924388X + 9859$
 $r = 0.9996$

3.5 精密度试验 准确吸取对照品溶液 10μl, 重复进样 6 次, 阿魏酸对照品峰的相对标准偏差 $RSD\% = 1.25\%$ 。

3.6 重现性试验 取同一批号样品 5 份, 按上述方法处理、分析, 平均含量 $X = 12.21\mu g$, $RSD = 1.25\%$

3.7 加样回收率试验 取同一批已知含量的样品粉适量, 准确称定, 准确加入阿魏酸对照品, 按照 3.2 项下进行提取测定, 回收率平均值为 99.6%, 见表 1。

3.8 样品测定 精密吸取样品溶液 10μl, 按上述色谱条件测定 3 批样品中阿魏酸的含量 测定结果见表 2。

4 讨论

4.1 色谱条件 中笔者分别选择了甲醇-乙腈-1% 冰醋酸(25: 25: 20); 甲醇-1% 冰醋酸(35: 65); 甲醇-乙腈-水-乙酸(1: 1: 5: 0.05) 三种流动相, 显示图谱表

明,后二种流动相分离效果不好,杂质干扰严重,测定结果均不理想。通过对比,前一种流动相效果最好。

表1 回收率试验结果

编号	样品中 阿魏加(μg)	加阿魏酸量 (μg)	测出阿魏 酸量(μg)	回收率% ($n=5$)	平均回收 率(%)	RSD
1	12.0	10.5	22.6	100.9		
2	12.2	10.5	22.6	99.0		
3	12.4	21.8	34.1	99.5	99.6	2.03%
4	12.6	21.8	34.2	99.1		
5	12.8	25.2	37.9	99.6		

表2 痛经宝颗粒中阿魏酸的含量

批号	991214	991215	20000102
含量($\mu\text{g/g}$)	12.8	11.4	13.1

4.2 采用反相高效液相色谱法测定痛经宝颗粒中阿魏酸的含量,方法简便、灵敏度高、重现性好。为本制剂的质量控制提供了科学依据。

参考文献:

- [1] 李普. 月月舒冲剂阿魏酸用薄层扫描法测定[J]. 中成药, 1994, (10): 21.
- [2] 张蕾. 双波长薄层扫描法测定归芩酊中阿魏酸的含量[J]. 中成药, 1997, (2): 15.