

酚、槲皮素-3-O-半乳糖-7-O-葡萄糖苷等成分,故先将样品酸水解后采用高效液相色谱法测定总的槲皮素的含量以控制本品质量。

4.2 供试品溶液的制备以及槲皮素的含量测定条件,参照了《中国药典》2000年版一部“银杏叶 药材<sup>[2]</sup>项下的方法进行。方法简便,结果准确,可作为该制剂的质量控制指

标。

#### 参考文献:

- [1] 苗明三,李振国.现代实用中药质量控制技术[M].北京:人民卫生出版社,2000:864.
- [2] 中国药典一部[S].2000:257.

## HPLC测定养血当归软胶囊中阿魏酸的含量

张玉爱<sup>1</sup>, 吴泽榕<sup>1</sup>, 郑起平<sup>1</sup>, 杨武亮<sup>2</sup>, 何秀菊<sup>1</sup>

(1.江西三九药业有限公司,江苏 南昌 330034; 2.江西中医学院,江西 南昌 330006)

关键词:养血当归软胶囊;阿魏酸;HPLC

中图分类号:R927.2

文献标识码:B

文章编号:1001-1528(2006)04-0599-02

养血当归软胶囊系我公司自行开发研制的中药新药,本方在四物汤和四君子汤基础上经临床应用而形成的经验方。方中含当归、川芎等 8味中药。临床上用于贫血虚弱,产后体虚,萎黄肌瘦,月经不调,行经腹痛,产后血虚。为控制制剂的质量,我们经实验建立了高效液相色谱法测定制剂中阿魏酸的含量,方法灵敏、准确、简便。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1100高效液相色谱仪,Agilent VWD 检测器,Agilent 1100自动进样器,Agilent 1100色谱工作站。养血当归软胶囊(江西三九药业有限公司,批号:020810,020811,020812)。阿魏酸对照品(含量测定用,批号:0773-9809,中国药品生物制品检定所)。甲醇为色谱纯(Dikma公司),水为纯化水,其它试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱:diamsil C<sub>18</sub>柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm),流动相 甲醇-1 冰醋酸(32:68);检测波长:320 nm;流速:1.0 mL/min;柱温 25℃。理论塔板数按阿魏酸计算,应不得低于 3 000。

#### 2.2 干扰试验

2.2.1 对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加甲醇溶解,制成每毫升含 0.1 mg 的阿魏酸溶液,作为对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品装量差异下的内容物,置小烧杯中,混匀,取 1.0 g,精密称定,置 10 mL 的试管中,加入 70% 乙醇 5 mL,置温水浴中溶解后,分次加入石油醚(60~90℃)5,3,2 mL 超声萃取后,弃去石油醚液,分取乙醇层,置 10 mL 的棕色量瓶中,用 70% 乙醇稀释至刻度,摇匀,

滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 取缺当归、川芎的样品软胶囊内容物 1.0 g,精密称定,同供试品溶液方法制备,作为阴性对照溶液。

2.2.4 空白试验 按照上述条件色谱,吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液分别注入测定色谱仪,结果见图 1~3。试验结果表明:阴性对照溶液中的组分不干扰阿魏酸测定。

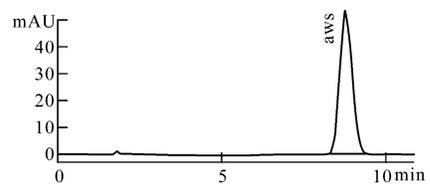


图 1 对照品色谱图

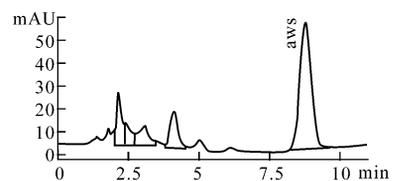


图 2 供试品色谱图

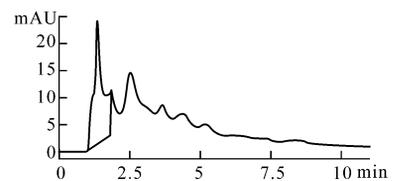


图 3 阴性对照色谱图

收稿日期:2004-11-04

作者简介:张玉爱(1976~),男,江西丰城人,助理工程师,研究方向:新药质量标准研究,电话:0791-7189927。

2.3 线性关系试验 取阿魏酸标准品 12.00 mg,精密称定,置 50 mL 棕色量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,备用。精密量取 5 mL 上述标准品溶液,用甲醇稀释至 25 mL 的棕色量瓶中,摇匀,并从中精密吸取 2, 4, 6, 8, 10, 12  $\mu$ L 按上述色谱条件进样,记录峰面积,以对照品的量 ( $\mu$ g) 为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程:  $Y = 4.967.219X + 24.221$ ,  $r = 0.9997$ 。结果表明本方法中阿魏酸在 0.096 ~ 0.576  $\mu$ g 范围内呈良好线性关系。

2.4 精密度试验 精密吸取样品溶液 (020812) 10  $\mu$ L 重复进样 6 次,测定其峰面积, RSD 为 0.74。结果表明本方法精密度良好。

2.5 稳定性试验 取置棕色量瓶中的样品供试液 (批号 020812),每隔一定的时间进一次样测定其含量,其测定 36 h,结果 RSD 为 0.58。表明供试品液在避光条件下 36 h 稳定。

2.6 重复性试验 取软胶囊 (批号: 020812) 6 份,精密称定,按样品溶液制备项下操作,制成供试品溶液,在上述色谱条件分别进样测定,测得当归中阿魏酸平均含量为 0.0256, RSD 为 1.8 ( $n = 6$ )。

2.7 加样回收率试验 采用加样回收法。取软胶囊 (批号 020812) 0.5 g ( $n = 6$ ),精密称精密加入已知浓度的阿魏酸对照品溶液 (0.096 mg/mL) 2.0 mL 和 70% 乙醇 23 mL,同样品溶液制备项下操作制备供试液,进样 10  $\mu$ L,依法测定。测得结果见表 1。平均回收率为 98.53, RSD 为 0.59 ( $n = 6$ )。

表 1 加样回收率试验结果

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.1198	0.1920	0.308	98.02		
0.1530	0.1920	0.343	98.96		
0.1676	0.1920	0.356	98.13	98.53	0.59
0.1725	0.1920	0.363	99.22		
0.1740	0.1920	0.364	98.96		
0.1271	0.1920	0.315	97.86		

2.8 样品的测定 分别精密吸取供试品溶液 10  $\mu$ L 进样,用外标法测定,共测定成品 7 批,测定结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批号	含量 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
020810	0.0192		
	0.0194	0.0193	0.73
020811	0.0248		
	0.0256	0.0252	2.24
020812	0.0258		
	0.0254	0.0256	1.10
020821	0.0157		
	0.0161	0.0159	1.78
020823	0.0163		
	0.0165	0.0164	0.86
020824	0.0157		
	0.0163	0.0160	2.65
020825	0.0158		
	0.0161	0.0160	1.40

### 3 讨论

3.1 色谱条件的选择:根据有关文献报告,阿魏酸在 313 nm 处有最大吸收。经试验,从阿魏酸对照品的紫外吸收光谱可见在 320 nm 处有最大吸收;以甲醇 - 1% 冰醋酸 (32:68) 为流动相。

3.2 供试品萃取过程发现有乳化现象,经过反复试验,对供试品溶液酸化处理后,溶液乳化现象明显降低。

3.3 因软胶囊内容物中含有挥发油及植物油影响阿魏酸的萃取及测定,我们分别选择石油醚 (60 ~ 90) 除挥发油及植物油,效果较好且发现石油醚萃取液中不含阿魏酸。萃取方法考察中发现:超声萃取 30 min,阿魏酸萃取完全。

### 参考文献:

- [1] 杨广德,梁明金,贺浪冲,等. 川芎中阿魏酸的提取方法研究 [J]. 中成药, 2002, 24 (6): 418-420.
- [2] 张丽梅,潘国际,王锦,等. 明目滴眼液质量标准的研究 [J]. 中成药, 2002, 24 (7): 505-508.
- [3] 邹俊,黄海欣,张玉洁. 妇科养荣丸 (浓缩丸) 质量标准研究 [J]. 中成药, 2002, 24 (8): 596-598.
- [4] 王宝栾. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 519-520.
- [5] 倪艳,郝旭亮,李先荣. 芎芷镇痛胶囊质量标准的研究 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2003, 9 (5): 5-6.