

RP-HPLC 法测定气血和胶囊中阿魏酸的含量

马秀建 (连云港药品检验所 江苏连云港 222006)

摘要 目的: 建立高效液相色谱法测定气血和胶囊中阿魏酸含量的方法。**方法:** 色谱柱: Ultimate XB-C₁₈ 柱(250mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸(30:70), 流速为 1.0 ml·min⁻¹; 柱温: 25℃; 检测波长: 320nm。**结果:** 阿魏酸在浓度为 5.0~80.9 μg·ml⁻¹ 时线性关系良好, $r=0.9999$, 平均回收率为 101.7%; RSD 为 1.7% ($n=6$)。**结论:** 方法简单、准确, 可作为气血和胶囊的质量控制。

关键词 高效液相色谱法; 气血和胶囊; 阿魏酸

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2009)03-0342-02

Determination of Ferulic acid in Qixuehe Capsules by RP-HPLC

Ma Xiujian (Lianyungang Institute for Drug Control, Jiangsu Lianyungang 222006, China)

ABSTRACT Objective: To establish a HPLC method for determination of Ferulic acid in Qixuehe Capsules. **Method:** Ultimate XB-C₁₈ column(250mm × 4.6mm, 5 μm) was used, the mobile phase consisted of methanol-0.1% phosphoric acid solution(30:70), the flow rate was 1.0 ml·min⁻¹; the column temperature was 25℃; the detection wavelength was 320nm. **Result:** The linear range of Ferulic acid was 5.0-80.9 μg·ml⁻¹ ($r=0.9999$). The average recovery was 101.7% ($RSD=1.7%$, $n=6$). **Conclusion:** The method is simple and accurate. It can be used for quality control of Qixuehe Capsules.

KEY WORDS RP-HPLC; Qixuehe Capsules; Ferulic acid

气血和胶囊由当归、川芎、赤芍、红花、丹参、香附、桃仁、桔梗、牛膝、枳壳、柴胡、乌药、延胡索、升麻、甘草十五味组成, 具有舒肝理气, 活血止痛的功能, 用于妇女月经过少, 经期后错, 行经不畅, 经色黯红有血块, 小腹疼痛, 乳房胀痛, 或伴有黄褐斑等面部色素沉着。现行标准只对芍药苷进行含量测定, 而方中的当归、川芎中含有的阿魏酸亦为其有效成分之一^[1-3], 为完善标准, 控制产品质量, 现采用反相高效液相色谱法对制剂中的阿魏酸进行含量测定, 建立可靠的质量控制方法,

1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪; 阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号 110773-200611); 气血和胶囊为市售品(规格 0.4g/粒, 批号: 070508, 070812, 070905), 甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Ultimate XB-C₁₈ 柱(250mm × 4.6mm, 5 μm); 流速为 1.0 ml·min⁻¹; 柱温: 25℃; 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸溶液(30:70); 检测波长: 320nm; 进样量: 10 μl。

2.2 对照品溶液制备

精密称取阿魏酸对照品 10.11mg, 置 100ml 量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 制成 101.1 μg·ml⁻¹ 的贮备液。分别精密量取 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0ml, 各置 10ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 分别制成 5.055, 10.11, 20.22, 40.44, 80.88 μg·ml⁻¹ 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液制备

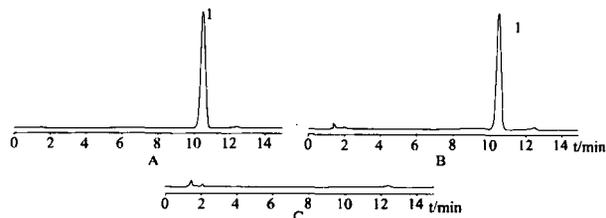
取本品约 1.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 400W, 频率 80KHz)1h, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 续滤液用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤, 作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察

分别精密量取“2.2”项下的阿魏酸对照品溶液各 10 μl 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 以对照品浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 经线性回归。结果表明: 阿魏酸在 5.0~80.9 μg·ml⁻¹ 范围内与峰面积线性关系良好。回归方程为: $Y=5.84+27.6X$, $r=0.9999$ 。

2.5 干扰试验

同法制成不含当归、川芎的阴性样品溶液。取对照品溶液、供试品溶液及阴性样品溶液各 10 μl 注入色谱仪测定, 阴性样品对测定无干扰, 色谱图见图 1。



A. 对照品 B. 供试品 C. 不含当归、川芎的阴性样品 1. 阿魏酸
图 1 气血和胶囊的 HPLC 色谱图

2.6 精密度试验

精密量取上述对照品溶液(40.44 μg·ml⁻¹) 10 μl, 连续进

作者简介: 马秀建, 男, 副主任医师, 主要从事药物综合管理工作。 Tel: (0518)82093796 E-mail: maxiujian1960@163.com

样6次,测定峰面积, $RSD = 0.9\%$ ($n = 6$)。

2.7 稳定性试验

精密吸取同一供试品(批号:070508)溶液 $10\mu\text{l}$, 分别在0, 3, 6, 9, 12, 18, 24 h 进样 $10\mu\text{l}$ 测定峰面积, $RSD = 0.7\%$ ($n = 7$)。结果表明, 供试液在24 h 内稳定。

2.8 重复性试验

取同一批号样品(批号:070508), 6份, 照“2.3”项下方法制成供试液, 进样 $10\mu\text{l}$ 测定, 含量为 $0.17\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, $RSD = 1.3\%$ ($n = 6$)。

2.9 加样回收率试验

取同批号样品(批号:070508, 规格:0.4g/粒, 平均粒重:0.3962g) 6份, 每份2.0g, 精密称定, 分别加入阿魏酸对照品适量, 按“2.3”项下方法制备供试液, 进样 $10\mu\text{l}$ 测定, 结果见表1。

表1 阿魏酸加样回收率试验结果($n = 6$)

| 取样量(g) | 样品中含阿魏酸量(mg) | 加入量(mg) | 测得量(mg) | 回收率(%) | 平均回收率(%) | RSD(%) |
|--------|--------------|---------|---------|--------|----------|--------|
| 2.0012 | 0.33 | 0.30 | 0.63 | 100.00 | | |
| 2.0309 | 0.34 | 0.30 | 0.64 | 100.00 | | |
| 2.0147 | 0.34 | 0.30 | 0.65 | 103.33 | | |
| 2.0048 | 0.33 | 0.30 | 0.64 | 103.33 | 101.1 | 1.7 |
| 2.0098 | 0.34 | 0.30 | 0.64 | 100.00 | | |
| 2.0704 | 0.35 | 0.30 | 0.65 | 100.00 | | |

2.10 样品测定

按“2.3”项下方法制备供试液, 进样 $10\mu\text{l}$ 测定, 照外标

法计算样品含量, 结果见表2。

表2 样品含量测定($n = 6$)

| 批号 | 含量($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$) | RSD(%) |
|--------|-------------------------------------|--------|
| 070508 | 0.17 | 0.7 |
| 070812 | 0.20 | 1.6 |
| 070905 | 0.19 | 1.1 |

3 讨论

本方法采用高效液相色谱法测定样品中阿魏酸的含量, 方法简单、可靠, 可作为气血和胶囊的质控指标之一。参考文献报道方法, 进行了样品提取溶剂、提取方法和提取次数, 流动相及检测波长等因素的考察, 结果表明以甲醇为溶剂, 采用超声处理, 以甲醇-0.1%磷酸(30:70)为流动相, 检测波长320nm 效果较好, 且杂质较少, 供试品中的阿魏酸即可提取完全。

参 考 文 献

- 1 中国药典[S]. 2005年版. 一部. 339, 461
- 2 吕迁洲, 王新宏. 活血合剂中阿魏酸和芍药苷的含量测定[J]. 中成药, 2002, 24(9): 668-670
- 3 杨书良, 孙婷, 佟永领, 石林平, 苏文琴, 刘丹. 心痛宁滴丸中阿魏酸的含量测定[J]. 中国药业, 2003, 12(4): 45

(2008-09-08 收稿 2008-10-16 修回)

注射用硝普钠溶液稳定性的考察

刘高峰 刘蕊 刘军 (哈尔滨医科大学附属第二医院药学部 哈尔滨 150086)

摘要 目的: 研究注射用硝普钠配制成溶液后的稳定性, 并比较药品说明书规定不同的厂家生产的药品其溶液稳定性是否有差异。方法: 将注射用硝普钠按临床应用条件配制成溶液, 考察在不同温度、不同避光条件下, 不同放置时间硝普钠溶液的稳定性, 包括溶液外观性状、pH、紫外-可见吸收光谱、硝普钠含量等。结果: 在临床应用该药所用的避光条件下, 在20℃或35℃时, 不同厂家生产的注射用硝普钠配制成溶液后28h 内是稳定的; 在不用避光套且阳光直射条件下, 硝普钠溶液极其不稳定, 在5min 内便发生变化; 在应用避光套但仍有阳光直射条件下, 溶液仍不稳定, 硝普钠含量等90min 内发生明显变化。结论: 药品说明书规定不同的厂家生产的注射用硝普钠配制成溶液后, 在28h 内均稳定, 其稳定性没有差异。临床配制硝普钠溶液时应注意严格避光, 且患者在用该药静脉滴注过程中即使使用了避光套也应避免阳光直射, 确保用药安全。

关键词 注射用硝普钠; 稳定性

中图分类号: R942 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2009)03-0343-03

Study on Stability of Sodium Nitroprusside Solution for Injection

Liu Gaofeng, Liu Rui, Liu Jun (Department of Pharmacy, Second Affiliated Hospital of Harbin Medical University, Harbin 150086, China)

ABSTRACT Objective: To study the stability of sodium nitroprusside (SNP) solution for injection, and make sure whether there was difference between the stability of SNP of different instructions. **Method:** SNP for injection was prepared into solution according to clinical use. The stability of SNP solution was studied in different temperatures and shading circumstances at different time, including appearance, pH value, ultraviolet-visible absorption spectrum and SNP content. **Result:** SNP solutions of different instructions were

作者简介: 刘高峰, 女, 主任药师, 博士, 研究方向: 临床药学。Tel: (0451) 55969328, Email: liugaofengwty@126.com