

278

养血清脑颗粒剂

阿魏酸 含量测定

11

养血清脑颗粒剂中阿魏酸的含量测定

天津解放军第254医院(300142) 吴乃峰 阎希军

R 927.2

养血清脑颗粒剂在我院已延用多年,主要由当归、川芎、鸡血藤、熟地等药物组成,其功能为养血活血,滋阴平肝,活络止痛,主治因血虚阴虚,肝阳上亢引起的头晕头痛。根据其君药为当归、川芎,特制订了用高效液相色谱法测定其主要成分阿魏酸的含量,因本制剂由多味药物组成,成分比较复杂,故采用了C-预柱纯化和收集样品,方可对其中的阿魏酸进行定量检测,现将其含量测定的研究结果报道如下:

1 仪器、药品与色谱条件

阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所,纯度98%),PT-C₁₈色谱预处理柱(河北省津杨滤材厂),甲醇(AR,天津市化学试剂二厂),冰醋酸(AR,北京52952),醋酸乙酯(AR,天津市化学试剂二厂)。

TG332A微量分析天平(上海天平仪器厂),美国沃特斯公司高压液相色谱仪,手动进样器, M441紫外检测器, C-R 6A处理机, 不锈钢柱 φ 4.6×250mm, 填充剂为十八烷基硅烷键合硅胶(10μm, 天津市化学试剂二厂), 甲醇-1.0%醋酸水溶液(27:73)为流动相, 流速0.9ml/min, 检测波长313nm, 灵敏度为0.1AuFs。

2 操作部分

2.1 样品的处理 (1)取本品5袋,除去包装,倾出内容物,研细,取约1g,精密称定,置50ml具塞三角瓶中,加入甲醇-醋酸液(95:5)20ml,密塞,间断振摇,在室温下放置过夜,精密吸取上清液10ml,蒸干,残渣用水5ml溶解,滤过,滤液过C₁₈-预处理小柱,以水5ml清洗后,30%甲醇洗脱,以10ml容量瓶接收,至刻度,作为供试液。吸取50μl,注入色谱仪,得

活血清脑冲剂色谱图。(2)按处方,制备当归、川芎阴性对照样品,取样1g,按1项下处理,作为阿魏酸阴性供试液,吸取50μl,注入色谱仪,得活血清脑冲剂当归、川芎阴性色谱图。

2.2 线性关系 精密称取阿魏酸对照品4.01mg,置10ml容量瓶中,醋酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

准确吸取上述对照品溶液0.1ml,置5ml容量瓶中,以流动相稀释至刻度,摇匀,分别吸取5、8、10、13、16μl,依次进样测定峰面积,结果如表1。

表1 进样量与峰面积

进样量(μg)	峰面积
0.0401	10476
0.0642	18384
0.0802	23902
0.1043	30422
0.1283	38720

以浓度C为横坐标,峰面积为纵坐标作图,得标准曲线图。标准曲线的回归方程为:

$$Y = (16.46 + 3160X) \times 10^3 \quad r = 0.9993$$

2.3 精密度试验 吸取2项下的对照品溶液0.1ml,置5ml容量瓶,以流动相稀释至刻度,吸取14μl,注入色谱仪,重复5次,记录色谱图,得峰面积值,结果如表2。

2.4 回收率试验 吸取2项下对照品溶液1ml,甲醇稀释成10ml备用,取样品(含量33.53μg/g),研细,精密称取0.5g,加上述溶液1ml,甲醇:醋酸(95:5)20ml,冷浸24小时,吸取上清液10ml,蒸干,残渣以5ml水溶解,经过C₁₈预处理柱,以5ml水洗,继以30%甲醇洗脱,接收至体积10ml,吸取50μl,进样,记录峰面积,随行标准(8.020μg/ml)进样13μl,

峰面积30881,测定结果见表3。

表2 精密度试验结果

峰面积	\bar{X}	S	CV(%)
33493	33582	325	0.97
33868			
33651			
33582			
33066			
33833			

表3 回收率试验结果

样品量(g)	面积值	回收率(%)	平均回收率(N)	W(%)
0.5136	39501	96.79	95.80	1.46
0.5018	38533	94.34		
0.5006	38764	95.26		
0.5103	38894	94.91		
0.5434	40464	97.71		

2.5 样品测定 分别取各批样品,照1项下处理和测定,5批样品的测定结果见表4。

表4 样品测定结果

批号	样品量(g)	含量(μg/袋)
910513	0.9668	78.69
910516	1.0314	84.67
910602	1.1592	79.67
910609	0.9865	82.54
910714	1.0626	74.36

3 讨论

3.1 该方法采用预柱处理,在测定中消除了其它干扰,灵敏性、准确性高。

3.2 在实验中发现,配制的对照品阿魏酸溶液,放置以后不稳定,含量逐渐下降,所以,需用现配。

参考文献

- Hartly RD, et al, J Chromatogr 1979;180:139
- 陈汉平,等.中草药 1988;19(10):15
- 赵淑杰.药物分析杂志 1992;12(2):119

关于增聘本刊副主编、常务编委、编委的通知

本刊讯 为了进一步办好本刊,充实编委会力量,经研究并报经卫生部药政管理局同意,特增聘邵明立、陈香谱为

本刊第二届编委会副主编,增补程利勇、马桂荣为本刊第二届编委会常务编委,增补卡哈尔·扎衣尔、仇有琛、唐镜波、施

文、吴明等为本刊第二届编委会编委。