

生物碱难溶于水而易溶于有机溶剂的性质,分别考察了甲醇、乙醇、氯仿及氨水-甲醇(1:20)等溶剂对含量测定结果的影响,结果氨水-甲醇(1:20)提取效率明显较其它溶剂高,故实验选择以氨水-甲醇(1:20)作为提取溶剂。

3.2 提取方法的选择 分别比较了加热回流提取、超声提取及索氏提取等方法,结果超声提取效率偏低,回流和索氏提取结果相仿,但由于后者费时故选择加热回流提取。另对回流时间进行了比较,认为回流提取 1 小时即可提取完全。

3.3 实验中考察了柱温对分离度及柱效的影响 分别采用 40℃、35℃、30℃、25℃、20℃、15℃ 等柱温,结果显示随着柱温的升高,保留时间缩短,且柱温每增加 1℃,保留时间缩短约 1.5%,这与相关文献报道是基本一致;柱温每增加 1℃,保留值(K)通常能减小(1~2)%,特别是在分离可电离样品时,温度的选择性就显得更加明显。而柱温升高,对分离度无明显的影响,但理论板数显著提高,柱效增强。由上认为采用较高柱温可缩短分离时间,提高效率。但柱温过高,对色谱柱的要求较高,综合以上各因素,故选用 35℃ 的柱温。

3.4 实验中分别比较了 AgiLent zorbax Extend C₁₈、Discovery C₁₈、ALLtima C₁₈、Dikma Diamonsil C₁₈、AgiLent zorbax ODS 等不同色谱柱对分离延胡索乙

素的影响,结果:AgiLent zorbax Extend C₁₈、Discovery C₁₈、Dikma Diamonsil C₁₈、AgiLent zorbax ODS 对分离延胡索乙素效果较好,均能达到良好的分离。其中前两者延胡索乙素与其他杂质峰的分度度可达到 7 以上;采用 Dikma Diamonsil C₁₈ 分离度也可达到 1.5 以上,且峰形亦良好;而采用 ALLtima C₁₈ 柱延胡索乙素色谱峰不能与其他杂质峰完全分离,且显示有前沿峰。由此可见虽同为以十八烷基键合硅胶为填料色谱柱,但由于硅胶的原料、纯度的区别,键合技术和封端技术的不同等原因,致使色谱分离结果相差较大。因此在制订含量测定方法确定色谱条件时应考察在不同色谱柱下的分离效果,尤其是中药本身成分复杂,干扰组分多,通过比较不同色谱柱的分离结果从而确定最佳分析条件,可使分析方法更具适用性。

3.5 对 12 批延胡索药材进行了测定,结果延胡索乙素含量结果较为集中,基本在 0.07%~0.1% 之间,为制订延胡索药材延胡索乙素含量限度指标提供了参考依据。

参考文献:

- [1] 苗明三. 现代实用中药质量控制技术[M]. 人民卫生出版社. 2000. 435
- [2] 刘国卿,等. 药学学报. 1983(9): 641.

收稿日期:2003-10-28

RP-HPLC 法测定复方当归滴丸中阿魏酸的含量

张悦晗, 张爱华, 钟小群(江西省药物研究所, 江西 南昌 330029)

摘要 目的:建立复方当归滴丸的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法 ALLtima C₁₈ 色谱柱,流动相:甲醇-1%冰醋酸溶液(30:70),检测波长 323nm。结果:平均回收率 98.90% (RSD=0.87%)。结论:本法简便,准确可行,适用于该制剂的质量控制。

关键词 反相高效液相色谱法;阿魏酸;复方当归滴丸;含量测定

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2003)06-0353-03

Determination of ferulic acid in Fufang Danggui Diwan by HPLC

ZHANG Yue-han, ZHANG Ai-hua, ZHONG Xiao-qun(The institute of materia medica of Jiangxi Province, Nanchang 330029, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To determine the content of ferulic acid in Fufang Danggui Diwan. **METHODS:** HPLC was used. the mobile phase consisted of methanol-1% glacial acetic acid (30:70). detection wavelength was 323nm. **RESULTS:** The average recovery rate was 98.90% with a RSD of 0.87%. **CONCLUSION:** The method is easy to operate, with accurate and reliable result. It is suitable for the quality control for Fufang Danggui

Diwan.

KEY WORDS reversed-phase high performance liquid chromatography; Ferulic acid; Fufang Danggui Diwan determination

复方当归滴丸是由当归,川芎,红花组成的中药复方制剂,具有活血通经,祛瘀止痛之功效,用于痛经、经闭、跌打损伤、风湿痹痛等症的治疗。本文采用高效液相色谱法对方中的主要成分阿魏酸进行了定量测定,实验结果表明,测定方法的回收率及精密度都较好,本方法确实可行。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Waters 515 高效液相色谱仪 Waters 2487 紫外检测器及 HS 色谱数据工作站。

1.2 试剂与药品 阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所),甲醇(色谱纯),水(双蒸水),复方当归滴丸(本所研制),其它试剂均为市售分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:ALLtima C₁₈ 柱(4.6mm × 250mm,5μm),流动相:甲醇-1%冰醋酸(30:70),流速:1.0mL/min,检测波长:323nm,柱温:30℃。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取阿魏酸对照品适量,加1%冰醋酸甲醇溶液制成每1mL中含阿魏酸28μg的溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取复方当归滴丸捣碎,精密称取约0.5g,加水10mL超声使溶解,后转移置分液漏斗中,用乙醚振摇提取5次(20mL/次),合并乙醚液,低温挥干,残渣加1%冰醋酸甲醇溶液溶解并

转移置25mL容量瓶中,定容,摇匀,0.45μm微孔滤膜过滤,即得。

2.4 空白试验 取不含当归,川芎的空白制剂样品,按照供试品溶液制备方法制备,在上述条件下测定。结果在对照品阿魏酸峰位上无其它干扰峰出现,证明空白试验无干扰(见图1)。

2.5 线性关系的考察 精密称取阿魏酸对照品适量,加1%冰醋酸甲醇溶液制成约0.1mg/mL的溶液,摇匀,进一步稀释成每1mL中含4.924、9.848、19.696、29.544、39.392、49.240μg的溶液,分别进样10μL。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得回归方程 $Y = 5811728.5X - 6761.9$, $r = 0.9999$ 。结果表明阿魏酸在0.04924~0.4924μg范围内有良好的线性关系。

2.6 精密度试验 在上述色谱条件下,取同瓶供试液重复进样6次(每次10μL)。测得峰面积的RSD=0.48%(n=6)。

2.7 稳定性试验 在上述色谱条件下,取同瓶供试液,避光放置,分别于0、1、2、3、5、8、10、24小时测定,观察其稳定性,测得阿魏酸峰面积的RSD=0.33%。表明供试液在避光条件下放置24小时稳定性良好。

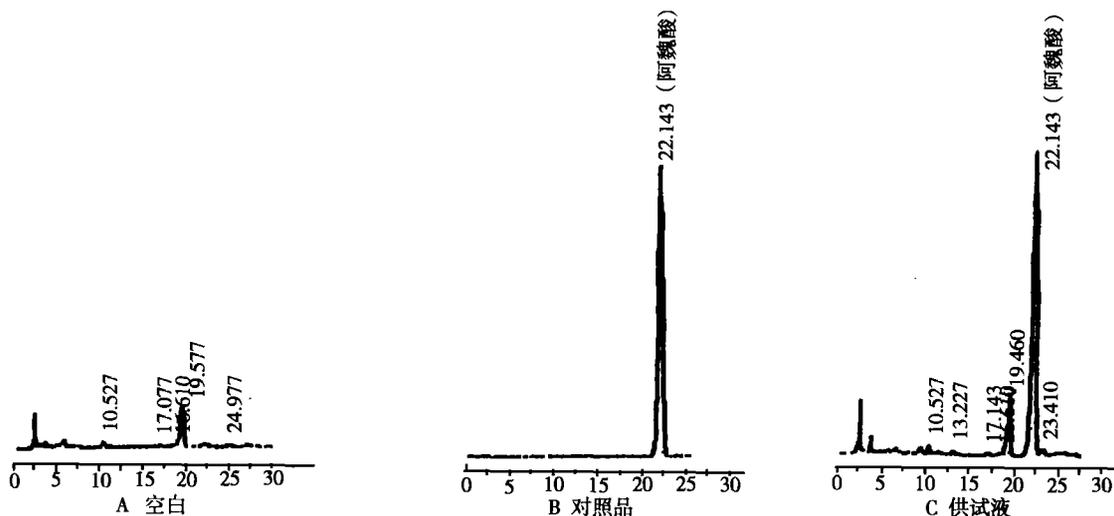


图1 复方当归滴丸 HPLC 图谱

2.8 重复性试验 取同一批号的样品6份,依法制备。在上述色谱条件下测定,结果RSD=0.58%(n=6)。

2.9 加样回收试验 取已知含量的样品适量,精称6份,每份分别加入一定量的阿魏酸对照品,依法制备,在上述色谱条件下测定。结果测得平均回收率

为 98.90% ($RSD = 0.87\%$)。结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果 ($n = 6$)

编号	样品中阿魏酸的含量(mg)	加入阿魏酸对照品的量(mg)	实测量(mg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	0.3304	0.3342	0.6610	98.92		
2	0.3321	0.3342	0.6604	98.23		
3	0.3309	0.3342	0.6618	99.01		
4	0.3333	0.3342	0.6647	99.16	98.90	0.87
5	0.3396	0.3342	0.6748	100.30		
6	0.3288	0.3342	0.6556	97.99		

2.10 样品的含量测定

按上述方法测定三批样品中阿魏酸含量,结果批号为 011012,011015,011018 的含量 (mg/g) 分别为 1.32, 1.30, 1.29。

3 讨论

3.1 在供试品溶液的制备过程中,为保证样品中阿魏酸充分提取,杂质尽可能少,采用同一批样品分别对提取溶剂、方法进行了试验,比较了以甲醇、1% 冰醋酸甲醇、甲醇-甲酸(95:5)、乙酸乙酯-甲酸(95:5)为溶剂的超声处理和回流的方法,以及乙醚为溶剂的萃取方法。结果表明乙醚萃取的方法不仅测得的阿魏酸含量高,且可将大部分杂质除去,供试

品溶液颜色最浅,有利于对色谱柱的保护。

3.2 阿魏酸为有机酸类化合物,在酸性条件下较稳定。实验表明,用 1% 冰醋酸甲醇溶液配制的阿魏酸对照品溶液,置棕色瓶中低温保存比用纯甲醇同法放置的溶液更稳定。

参考文献:

- [1] 王映芬. 复方偏头痛冲剂主要成份当归川芎中阿魏酸的含量测定[J]. 北京医科大学学报, 1994, 26(3): 218.
- [2] HPLC 测定逍遥散及当归中阿魏酸的含量, 中成药, 2000, 22(5): 343.
- [3] 彭中芳. 高效液相色谱法测定华佗再造丸中阿魏酸含量[J]. 中药材, 2001, 24(5): 361.

收稿日期: 2003-10-28

三氯苯达唑中有机溶剂残留量测定方法学验证

韩加怡, 郑国钢(浙江省药品检验所, 浙江 杭州 310004)

摘要 目的: 用气相色谱法测定三氯苯达唑中有机溶剂残留量。方法: 采用高效毛细管色谱柱 INNOWAX (30m × 0.32mm × 0.25μm), 检测器为 FID, 应用程序升温, 直接进样法检测。结果: 两个测定系统中乙醇、DMF、乙酸与所用内标、溶剂互不干扰, 分离度及检出灵敏度均达到要求, 三成分的最小检出浓度分别为 2.03μg/mL、2.21μg/mL 与 3.75μg/mL。结论: 本方法能准确控制样品中残留溶剂, 控制产品的质量。

关键词 气相色谱法; 三氯苯达唑; 残留量

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2003)06-0355-03

Method verify on quantity of organic solvents remaining

HAN Jia-yi, ZHENG Guo-gang(Zhejiang Institute for Drug Control, Hangzhou 310004, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a GC method for the determination of organic solvents remaining. **METHODS:** The methods was approved by high efficiency chromatogram column of INNOWAX (30m × 0.32mm × 0.25μm), with a detector of FID using direct injection. **RESULTS:** There is no interfere of every component between ethanol, DMF, acetic acid, inside standard and solven. The resolution and sensitivity were acceptable. The detection limit of the three components were 2.03μg/mL, 2.21μg/mL, 3.75μg/mL respectively. **CONCLUSIONS:** This method is accurate to control the organic solvents remaining.

KEY WORDS GC; quantity of organic solvents; remaining