维普资讯 http://www.cqvip.com



文章编号：0253-3626(2006)05-0733-02

# HPLC法测定复方羊角软胶囊中阿魏酸的含量

邓 容，刘 新

（重庆医科大学药学院，重庆 400016）

【摘 要】目的：建立复方羊角软胶囊含量测定方法。方法：采用高效液相色谱法，用阿魏酸为对照品，以甲醇-1%冰醋酸（37∶63）为流动相，流速 1.0ml/min，色谱柱为 $C_{18}$ 柱（250mm×4.6mm，5μm），检测波长为 320nm。结果：阿魏酸检测线性范围为 6~60μg/ml，$r$=0.9995，平均回收率为 100.3%，RSD = 1.68%（n = 9）。结论：该方法分离度好，准确，重现性好，可作为复方羊角软胶囊中阿魏酸的含量测定方法。

【关键词】阿魏酸；复方羊角软胶囊；川芎；HPLC

【中国图书分类号】R927.2 【文献标识码】B 【收稿日期】2006-03-30

# Determination the content of ferulic acid in compound Yangjiao soft capsules with HPLC

*DENG Rong, et al*

(*College of Pharmacy, Chongqing Medical University*)

【Abstract】*Objective*: To establish a method for determining the concent of ferulic acid in compound Yangjiao soft capsules with HPLC. *Method*: To determine with HPLC using $C_{18}$ column（250mm×4.6mm，5μm），methanol-1% acetic acid solution (37:63) as mobile phase. The flow rate was 1.0 ml/min and the detecting wavelength was 320nm. *Results*: Ferulic acid had good linear relation within the range from 6 to 60μg/min, $r$ =0.9995. The average recovery rate was 100.3%, RSD = 1.68%（$n$ = 9）. *Conclusion*: The method is with good resolution, accurate and reproducible, which can be used for determining the content of ferulic acid in compound Yangjiao soft capsules.

【Keywords】Ferulic acid; Compound Yangjiao soft capsules; Ligusticum chuanxiong Hort; HPLC

复方羊角软胶囊是由羊角、川芎、白芷、制川乌等中药提取后，加适量赋形剂制成的一种软胶囊剂，具有平肝、镇痛的作用，用于偏头痛，血管性头痛，紧张性头痛及神经性头痛等症[1]。川芎为处方中的主要药物，故本文采用 HPLC 法测定川芎中的活性成分阿魏酸的含量，以控制复方羊角软胶囊的质量。实验结果表明本法分离度好，准确，重现性好。

## 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪（LC-2010A 型，日本岛津公司），超声清洗仪（昆山市超声仪器有限公司），分析天平（上海梅特勒-托利多公司）。

复方羊角软胶囊（自制，规格：0.5g/粒，批号：060114、060227、060308），阿魏酸对照品（中国药品生物制品检定所），甲醇（色谱纯，江苏汉邦科技有限公司），冰醋酸（分析纯，成都市化学试剂厂）。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱：迪马 $C_{18}$ 柱（250mm×4.6mm，5μm），流动相：甲醇-1%冰醋酸（37∶63），流速 1.0ml/min，检测波长：320nm，进样量：10μl。

### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取阿魏酸对照品适量，加流动相制成 60μg/ml 的溶液，作为对照品储备液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取复方羊角软胶囊内容物约 2.0g，精密称定，加硅藻土适量，混匀，加 60%乙醇 40ml，超声 30min，放冷，过滤，滤液挥至无醇

作者介绍：邓 容（1980- ），女，硕士，
主要研究方向：中药制剂、中药质量研究。

维普资讯 http://www.cqvip.com



味，用乙醚萃取 3 次，每次 20 ml，合并乙醚液，蒸干，残渣用 1%氢氧化钠溶液使溶解，碱液用乙醚萃取 2 次，每次 20 ml，弃去乙醚液，碱液再用稀盐酸调节 pH 值至 2，用乙醚萃取 4 次，每次 20 ml，合并乙醚液，蒸干，残渣用甲醇使溶解，并定容至 10 ml，过滤，取续滤液，即得。

2.2.3 空白试验　取除去川芎外的其他药材按制法制成空白制剂，按“2.2.2”方法制成空白溶液，依法进样。结果表明，空白溶液无干扰（见图 1）。

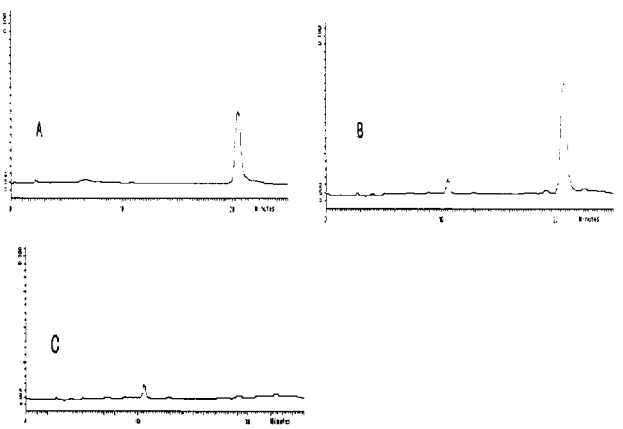



**图 1　高效液相色谱图**

A 阿魏酸　B 复方羊角软胶囊

C 阴性对照

2.3　线性关系考察

分别精密吸取阿魏酸对照品储备液 1.0，2.0，4.0，6.0，8.0ml，置 10ml 容量瓶中，分别加流动相至刻度，摇匀。按上述色谱条件测定，以峰面积为纵坐标，阿魏酸浓度为横坐标绘制标准曲线，回归方程为 Y=58158·X，$r$ =0.9995。结果显示，阿魏酸浓度在 6~60 μg/ml 范围内与其峰面积有良好的线性关系。

2.4　精密度试验

用阿魏酸对照品溶液（6 μg/ml）分别依次进样 5 次，测定峰面积积分值。计算峰面积的 RSD = 1.61%，显示仪器精密度良好。

2.5　样品溶液的稳定性试验

取样品溶液（批号：060308）分别于 0，1，2，4，6h 进样，测定峰面积积分值。计算峰面积的 RSD = 1.12%，表明 6h 内样品稳定性良好。

2.6　重复性试验

取同批号（060227）样品 5 份，按“2.2.2”方法制备，分别进样，测定峰面积。计算样品中阿魏酸的含量，含量的 RSD = 2.05%，表明本法具有良好的重复性。

2.7　加样回收率试验

精密称取已测定含量的同批号（060227）样品约 1.0g，共 9 份，照表 1 精密加入阿魏酸对照品适量，照“2.2.2”方法制备，依法进样，测定峰面积。计算其平均回收率为 100.3%，RSD = 1.68%，表明本法具有较好的准确度（见表 1）。

**表 1　加样回收试验结果**

| 样品编号 | 样品中阿魏酸量(μg) | 阿魏酸加入含量(μg) | 测得量（μg） | 回收率（%） | 平均回收率（%） | RSD（%） |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 249.9 | 200 | 461.7 | 102.6 | | |
| 2 | 251.0 | 200 | 457.7 | 101.5 | | |
| 3 | 253.0 | 200 | 456.4 | 100.8 | | |
| 4 | 242.8 | 250 | 484.0 | 98.21 | | |
| 5 | 260.4 | 250 | 523.5 | 102.6 | 100.3 | 1.68 |
| 6 | 235.5 | 250 | 478.1 | 98.47 | | |
| 7 | 245.5 | 300 | 546.3 | 100.1 | | |
| 8 | 255.9 | 300 | 549.6 | 98.86 | | |
| 9 | 252.0 | 300 | 549.1 | 99.47 | | |

2.8　样品的含量测定

精密称取批号为 060114、060227、060308 的样品各约 2.0g，照“2.2.2”方法制成供试品溶液，依法测定峰面积。样品中阿魏酸的含量分别为 192.8 μg/g，249.3 μg/g，192.4 μg/g。

## 3　讨　论

文献报道[1]测定复方制剂中阿魏酸的含量，多

（下转第 738 页）

维普资讯 http://www.cqvip.com



表 1 两组一般临床情况比较

| 组别 | 年龄（岁） | 性别（男/女） | 病程（月） | P-P间期（ms） | 器质性心脏病 |
|---|---|---|---|---|---|
| 常规组（$n$=32） | 48.8±13.1 | 17/15 | 51.3±60.4 | 341.6±49.0 | 8 |
| Carto组（$n$=25） | 51.3±14.0 | 13/12 | 64.6±78.4 | 333.7±42.0 | 5 |
| $P$值 | >0.05 | >0.05 | >0.05 | >0.05 | >0.05 |

表 2 两组房性心动过速射频消融参数比较

| 组别 | AP间期（ms） | X线暴光时间（min） | 即刻成功率 | 远期成功率 |
|---|---|---|---|---|
| 常规组（$n$=32） | 35.4±6.8 | 29.3±10.7 | 78%（25/32） | 68%（17/25） |
| Carto组（$n$=25） | 36.8±5.8 | 17.9±5.4 | 100%（25/25） | 96%（24/25） |
| $P$值 | >0.05 | <0.001 | <0.05 | <0.05 |

发症，导致消融不彻底。Carto 标测组复发 1 例起源于右下肺静脉口，这与导管经房间隔标测和贴靠右下肺静脉口区域比其他区域难度大有关。

综上所述，局灶性房速射频消融治疗成功率和安全性高，Carto 系统标测比常规标测更有优势，且明显减少 X 射线的暴露时间，减少对术者及患者 X 射线辐射，临床值得推广。

## 参 考 文 献

[1] Stein KM, Euler DE, Mehra R, et al.Do atrial tachyarrhythmias beget ventricular tachyarrhythmias in defibrillator recipients[J].J Am Coll cardiol, 2002;40:335-340.

[2] Roberts-thomson KC, Kistler PM, Kalman JM.Atrial tachycardia: mechanisms, diagnosis, and management[J].Curr Probl cardiol, 2005;30:529-573.

[3] Pappone C, Stabile G, Simone AD, et al.Roleof catheter-induced mechanical trauma in localization of target sites of radiofrequency ablation in automatic atrial tachycardia[J].J Am Coll Cardiol, 1996;27:1090-1097.

[4] Marchlinski F, Callans D, Gottlieb C, et al.Magnetic electroanatomical mapping for ablation of focal atrial tachycardia [J].PACE, 1998, 21:1621-1635.

[5] Kyoko S, Etienne D, Makoto S, et al. Saline-cooled versus standard radiofrequency catheter ablation for infarction-related ventricular tachycardias[J].Circulation, 2001;103:1858-1862.

（上接第 734 页）

为采用水或醇回流的方法，本实验比较了甲醇超声、甲醇回流、30%乙醇超声、60%乙醇超声等提取方法对阿魏酸含量的影响，结果以 60%乙醇超声提取效果最好。本品为中药浸膏制成的制剂，超声 30min 即可提取完全。

利用文献[2]方法测定本品，结果干扰杂质太多，杂质峰长达 60min 才能出完。故本文采用先用乙醚萃取提取物，再通过调整 pH 值，对样品进行精制的方法。结果表明本法所得的供试品溶液杂质干扰少，样品在时间 25min 内即可获得较好的分离。

参考文献 [2,3]，采用含冰醋酸缓冲液的流动相，通过调整甲醇与 1%冰醋酸的比例，确定用甲醇-1%冰醋酸（37:63），获得满意的分离效果和保留时间。

实验结果证明，本法分离度好，准确，重现性好，可用于复方羊角软胶囊中阿魏酸的含量测定。

（通迅作者：刘 新，023-68485161）

## 参 考 文 献

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会，主编. 中华人民共和国卫生部药品标准（中药成方制剂，第八册）[S].124.

[2] 刘思琳，张丁丁.HPLC 法测定复方羊角颗粒中阿魏酸的含量[J].中国中药杂志，2003;28（3）:277-278.

[3] 倪 艳，郝旭亮，李先荣，等.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）:5-7.