

·药物分析·

高效毛细管电泳法分离测定川芎中阿魏酸的含量

许自明 纪松岗

(海军 401 医院药剂科 青岛 266071)

摘要 本文采用高效毛细管电泳法分离测定川芎中阿魏酸的含量,本法具有准确、快速、简便的优点。结果满意,为川芎中阿魏酸的含量测定提供了新方法。

关键词 高效毛细管电泳法;川芎;阿魏酸

高效毛细管电泳法(High Performance Capillary Electrophoresis, HPCE)是近十年来迅速发展的一种新型分离分析技术,具有高效,快速,简便,低耗,样品预处理简单,抗污染抗干扰能力强等特点^[1]。在中成药分析中得到较为广泛的应用^[2,3]。川芎是临床常用中药,具有活血行气,祛风止痛之功效^[4]。阿魏酸是其有效成分之一,以往多采用薄层扫描法^[5]、高效液相法^[6]测定其含量。本文采用 HPCE 法测定川芎中阿魏酸的含量,方法准确,快速,操作简便,具有良好的重现性,为川芎的质量控制提供了新的方法学手段。

一、实验部分

(一)药品和试剂

阿魏酸和双氯灭痛(内标)标准对照品由中国药品生物制品检定所提供,并用 70%乙醇溶解配制成浓度分别为 1mg/ml 和 4mg/ml 溶液备用,川芎药材为市购品,其它试剂均为分析纯。

(二)仪器和电泳条件

Waters Capillary Ion Analyzer,空心熔融石英毛细管 75 μ m \times 100cm(河北永年光纤厂),离心沉淀器(上海手术器械厂),Branson 1200 超声振荡仪。分离用缓冲液为 10mmol/L 硼砂溶液,运行电压 25kV,温度 25 $^{\circ}$ C,重力进样,时间 10s,紫外检测波长 214nm。

(三)样品测定

精密称定川芎细粉适量,置于 10ml 试管

中,加入 70%乙醇约 7.5ml,超声振荡提取 30min,离心后取上清液置 25ml 容量瓶中,同法再重复提取两次,合并提取液,加入内标使其浓度为 40 μ g/ml,加 70%乙醇定容至刻度,按上述电泳条件进行分离测定。

(四)加样回收率实验

精密称定川芎细粉适量,置于 10ml 试管中,加入阿魏酸对照品适量,按样品测定项下的步骤进行操作,计算回收率。

二、结果和讨论

(一)分离条件的选择

阿魏酸呈酸性,故使其碱性缓冲液为佳。本实验采用硼砂缓冲液并对其浓度进行了选择。在 5~20mmol/L 浓度范围内,阿魏酸的迁移时间随硼砂浓度的增加而增加且分离逐渐得到改善。通过实验确定 10mmol/L 硼砂为分离用缓冲液较为理想,在此条件下可对川芎中的阿魏酸进行良好的分离测定(见图 1)。

(二)测定方法的评价

1. 线性关系考察 精取阿魏酸对照品溶液适量经稀释后使其浓度分别为 10, 20, 50, 70, 100 μ g/ml,内标浓度为 40 μ g/ml。按上述电泳条件进行分离测定,阿魏酸在此浓度范围内其与内标峰面积之比和浓度呈良好的线性关系($r > 0.999$)。

2. 精密度和加样回收率实验 对浓度分别为 10, 50 和 100 μ g/ml 的阿魏酸对照品溶液进行日内和日间精密度实验,结果见表 1,

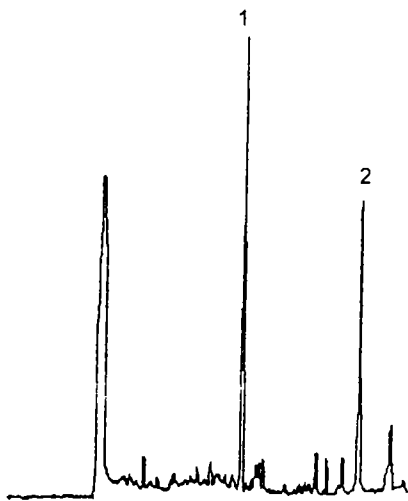


图1 川芎样品的毛细管电泳图

1. 内标 12.90min; 2. 阿魏酸 16.13min

表1 日内和日间精密度

浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	RSD% (n=3)	
	日内	日间
10	1.45	1.88
50	1.40	1.50
100	0.62	1.08

表明测定方法的重现性良好。其加样回收率结果见表2。

表2 加样回收率结果

样品	加入量(mg)	回收率(%)	RSD%(n=3)
川芎	0.8	101.57	1.58

(三) 样品测定

利用所建立的分离测定方法对川芎中的阿魏酸进行了测定,测定结果见表3,令人满意。

表3 样品的测定结果

川芎	含量(%)	RSD%(n=3)
样品1	0.082	1.47
样品2	0.119	1.37

参考文献

- [1] 罗国安和王义明. 色谱, 1995, 13(4): 254
- [2] Renata J. O., Danuta R., Piotr K. et al. J. chromatogr. a, 1995, 709: 197
- [3] Sheu S. J. and Lu C. F. J. High resol. chromatogr., 1995, 18: 269
- [4] 中国药典. 二部. 1995: 30
- [5] 钱芳, 燕恩慈. 中成药, 1990; 12(4): 9
- [6] 戴忠, 钱忠直, 侯钦云. 中成药, 1997; 19(7): 9

HPLC 法测定两性霉素 B 含量

罗东 马文秀 代青 刘松青

(第三军医大学西南医院药剂科 重庆 400038)

摘要 目的: 用高效液相色谱法测定两性霉素 B 含量。方法: 外标法定量, 色谱柱为 μ -Bondapak C 柱 ($10\mu\text{m}$, $3.9\text{mm} \times 300\text{mm}$); 流动相为乙腈-磷酸盐缓冲液 (pH6.20) (55:45, v/v), 其中含 0.02mol/L 四丁基溴化铵; 流速 $1.2\text{ml}/\text{min}$; 检测波长 405nm 。结果: 两性霉素 B 浓度在 $3.0 - 21.0\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内线性关系良好, 其相关系数 $r = 0.9997$, 本方法的平均回收率为 $102.94 \pm 2.17\%$, 日内和日间相对标准偏差分别平均为 2.80% 和 5.25% 。结论: 该方法简便、快速、准确、重现性好。

关键词 两性霉素 B; 含量测定; HPLC

两性霉素 B (Amphotericin B) 为多烯类抗深部真菌感染药物。临床上应用已有 30 余年。虽然新的抗真菌药物如唑类抗真菌药物

不断被开发应用。但两性霉素 B 仍作为许多真菌感染的首选药物广泛用于临床^[1]。中国药典和美国药典对两性霉素 B 的含量测