

# 薄层扫描法测定逍遥丸中阿魏酸的含量

许英爱, 金 瑛(第四军医大学吉林军医学院, 吉林 132013)

**摘要:** 目的: 建立薄层扫描法测定逍遥丸中阿魏酸含量的方法。方法: 固定相为硅胶 G, 流动相为苯-氯仿-冰醋酸(6:5:1), 检测波长为 365nm, 参比波长为 322nm。结果: 阿魏酸在 0.4~ 2.0 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系, 平均回收率为 98.4%, RSD 为 3.71%。结论: 本方法准确可靠, 可用于测定逍遥丸中阿魏酸的含量。

**关键词:** 逍遥丸; 阿魏酸; 双波长薄层扫描法

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编码: 1006-0111(2001)03-0166-02

## Determination of ferulic acid in Xiaoyao-wan by TLC

XU Ying-ai, JIN Ying (Jilin Military Medical College of the Fourth Military Medical University, Jilin 132013, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE:** To establish a method of thin-layer chromatographic scanning to determine the content of ferulic acid in Xiaoyao-wan. **METHODS:** Silica G thin-layer was used, and the mobile phase consisted of benzene-chloroform-glacial acetic acid (6:5:1) with the detection wave length of 365nm and the control wave length of 322nm. **RESULTS:** The linear range of ferulic acid was 0.4~ 2.0 $\mu$ g. The mean recovery was 98.4% ( $n = 5$ ) with RSD of 3.71%. **CONCLUSION:** This method is accurate, reliable and can be used for the determination of ferulic acid in Xiaoyao-wan.

**KEY WORDS:** Xiaoyao-wan; ferulic acid; dual wave-length thin-layer chromatography

逍遥丸是《中国药典》1995年版收载的中成药, 主要由柴胡、当归、白芍、白术、茯苓等中药组成, 具有疏肝健脾、养血调经之功效, 用于肝气不舒、胸肋疼痛、头晕目眩、食欲减退、月经不调。阿魏酸为当归中主要有效成分, 并且阿魏酸经药理实验证实具有抑制血小板聚集和明显的抗血栓作用<sup>[1]</sup>, 测定中成药中阿魏酸的方法已有报道<sup>[2,3]</sup>。本文采用双波长薄层扫描法测定逍遥丸中阿魏酸的含量, 方法操作简便, 结果准确可靠, 可作为逍遥丸的质量控制方法。

### 1 仪器与试剂

CS-930型双波长薄层扫描仪(日本岛津公司); 点样毛细管(美国 Drummond J 厂)。阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 逍遥丸(中国多邦药业有限公司, 批号为 981106、981108 和 981110); 其它试剂均为 AR 级。

### 2 方法与结果

#### 2.1 实验条件

**2.1.1 薄层板的制备** 称取一定量硅胶 G 与 0.5% CMC-Na 的滤液按 1:3 比例混合, 研磨均匀后, 涂布于 20cm × 20cm 玻璃板上, 厚度为 0.3mm, 室温干燥后, 置烘箱中于 105℃活化 30min, 置干燥器内放冷备用。

**2.1.2 薄层色谱条件** 吸取阿魏酸对照品溶液 1 $\mu$ l、供试品溶液 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-氯仿-冰醋酸(6:5:1)为展开剂, 预饱和 30min 后展开。待完全展开后, 取出, 晾干, 置 365nm 紫外分析仪下定位后扫描, 可见阿魏酸呈深蓝色斑点。薄层色谱图见图 1。

2\* 2] 图 1 薄层色谱图

1. 阿魏酸对照品; 2. 供试品

**2.1.3 扫描条件** 双波长反射锯齿扫描检测波长  $\lambda_S = 322\text{nm}$ , 参比波长  $\lambda_R = 365\text{nm}$ , 狭缝为 1.2mm × 1.2mm, 线性化参数  $SX = 3$ 。

#### 2.2 供试品溶液的制备

取本品适量, 切碎, 精密称取本品 5g, 加适量硅藻土研细, 置索氏提取器内, 加 100ml 乙酸乙酯-甲酸(9.5:0.5)连续提取 8h, 将提取液倒入蒸发皿中, 用少量乙酸乙酯洗涤提取器, 与提取液合并, 置水浴上蒸干, 残渣用甲醇溶解, 滤过, 定量转移至 2ml 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

#### 2.3 标准曲线的绘制

精密称取阿魏酸标准品, 用甲醇溶解, 配成浓度为 0.4mg/ml 的阿魏酸标准品溶液。用点样毛细管

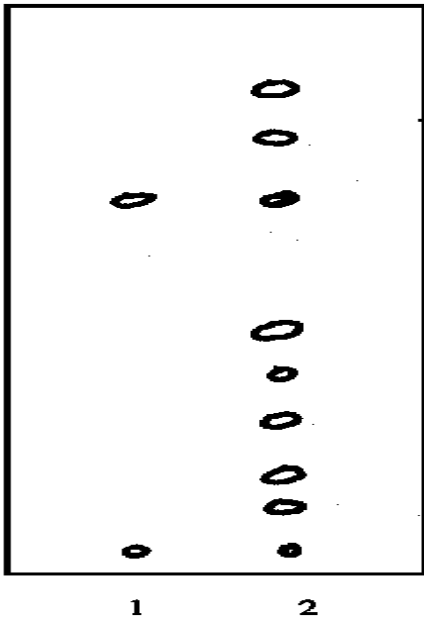


图 1 薄层色谱图

1. 阿魏酸对照品; 2. 供试品

准确吸取 1、2、3、4、5 $\mu$ l 标准品溶液点于薄层板上, 上行展开后测定, 以阿魏酸点样量( $\mu$ g)为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得到一条不通过原点的直线, 其回归方程为  $Y = 64626.33X + 8709.87$ ,  $r = 0.9989$  ( $n = 6$ ), 表明阿魏酸在 0.4~2.0 $\mu$ g 范围内, 其含量与峰面积成线性关系, 并且需采用外标二点法测定阿魏酸含量。

#### 2.4 精密度试验

在同一块薄层板上点相同量的标准品溶液 6 个点, 按前述条件展开并进行扫描测定, 结果阿魏酸斑点面积分别为 79557.6、74717.0、75857.8、78968.7、78882.7、74994.1, 平均值为 77162.98,  $RSD$  为 2.86%。

#### 2.5 稳定性试验

将阿魏酸标准品溶液点于薄层板上展开后, 每间隔一定时间扫描测定, 延续 3h。自将薄层板从层析缸中取出后溶剂完全挥干时开始计时, 考察测定值是否稳定。测定结果相对标准偏差为 2.82%, 说明在 3h 内稳定性良好。试验结果见表 1。

表 1 阿魏酸稳定性试验

峰面积	间隔时间 (min)						
	5	30	60	90	120	150	180
82275.882432	480967.879821	378875.177505	676669.3				

#### 2.6 回收率试验

在同一块薄层板上点标准品溶液 2 点, 点样量分别为 0.2、0.4 $\mu$ g, 已知供试品溶液 8 点, 并于其中 5 点上再点对照品 0.2 $\mu$ g, 展开后依法进行测定, 计

算回收率, 结果见表 2。

表 2 阿魏酸回收率试验 ( $n = 5$ )

序号	样品量 ( $\mu$ g)	加入量 ( $\mu$ g)	测得量 ( $\mu$ g)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	$RSD$ (%)
1	0.26	0.20	0.463	102		
2	0.26	0.20	0.448	94		
3	0.26	0.20	0.450	95	98.4	3.71
4	0.26	0.20	0.462	101		
5	0.20	0.20	0.400	100		

#### 2.7 样品测定

在同一块硅胶 G 薄层板上点上标准品溶液 0.5、1.0 $\mu$ l 和样品溶液 10 $\mu$ l, 按上述薄层色谱条件及扫描条件进行测定, 结果见表 3。

表 3 样品中阿魏酸含量测定结果

批号	阿魏酸含量 ( $\mu$ g/g)	$\bar{x}$ ( $\mu$ g/g)	$RSD$ (%)
981106	8.9	8.8	3.01
	8.5		
	9.0		
	7.7		
981108	8.1	8.0	3.31
	8.2		
	10.6		
981110	10.1	10.4	2.54
	10.5		
	10.5		

### 3 讨论

曾比较了采用相同溶剂回流提取和索氏提取两种方法制得的供试液中阿魏酸的含量, 结果前者含量低于后者, 这表明索氏提取法具有提取效率高的优点。

阿魏酸溶于热水、乙醇及乙酸乙酯<sup>[4]</sup>, 并且阿魏酸是弱酸, 加入少量的甲酸使提取溶剂呈弱酸性, 可以抑制其电离, 因此, 采用乙酸乙酯-甲酸 (9.5 : 0.5) 作为提取溶剂。阿魏酸标准品溶液如放置时间过长, 会呈现 2 个深蓝色荧光斑点, 因此标准品溶液必须临用前新鲜配制。

在展开前预饱和 30min, 并且刮去薄层板两端各约 15mm 宽的硅胶 G 薄层, 可以有效地避免边缘效应的产生, 使定量测定结果准确。此外以苯-氯仿-冰醋酸 (6 : 5 : 1) 为展开剂, 分离效果好。因为是手工制板, 薄层厚度难免不均匀, 这样会影响定量分析的准确性, 采用双波长薄层扫描法可消除薄层厚度不均匀所引起的误差。

#### 参考文献:

[1] 李家仁. 中国化学成分的研究[J]. 中草药, 1983, 14(8): 42.  
 [2] 邱宁婴, 顾 萱, 马仁玲. 天宝胶囊中阿魏酸的薄层扫描测定[J]. 中国药科大学学报, 1996, 27(4): 250.  
 [3] 仁延军, 阙 宁. 中成药中阿魏酸含量的薄层扫描测定法[J]. 中国药学杂志, 1991, 26(2): 736.  
 [4] 国家医药管理局中草药情报中心. 植物药有效成分手册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1985, 457.