

• 论著 •

三种中成药中小檗碱和巴马汀的含量测定

王静竹 刘舒平 赵 鹏

(北京中医药大学中药学院,100029)

摘要 应用反相高效液相色谱法对牛黄千金散、清胃黄连丸和芩连片中小檗碱(Berberine)、巴马汀(Palmatine)进行含量测定。方法快速准确,为厂家控制产品质量提供依据。

关键词 反相高效液相色谱 小檗碱 巴马汀

Quantitative Determination of Berberine and Palmatine in Pharmaceutical Preparations by RP-HPLC

Wang Jingzhu, Liu Shuping, Zhao Peng (Beijing University of TCM, 100029)

Abstract: The simultaneous determination of berberine and palmatine by reversed phase high performance liquid chromatography was described. Their separation can be achieved within 10 min, employing a 30 cm column packed with waters Delta park C-18. This method was charateried by its rapiduess and accuracy.

Key words: RP-HPLC, Berberine, Palmatine

许多中成药以黄连或黄柏为主要成分。清胃黄连丸用于口舌生疮、咽喉肿痛;芩连片用于脏腑蕴热引起的头痛目赤、热痢腹痛;牛黄千金散用于小儿高热惊风。黄连或黄柏为这3种中成药中清热泻火的有效药物,其有效成分为小檗碱和巴马汀等生物碱。测定小檗碱含量的方法较多^[1~3],但用HPLC法测定此3种中成药中小檗碱和巴马汀的含量未见报道。本文应用反相高效液相法准确、快速地测定了小檗碱和巴马汀的含量。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪,510 型泵,490 型紫外检测器,745 型数据处理仪。

盐酸小檗碱(纯度 100%)和盐酸巴马汀(纯度 100%)对照品购自中国药品生物制品检定所,所用试剂乙腈为色谱纯,其它为分析纯,水为超纯水。

清胃黄连丸(北京中药二厂,9408070),牛黄千金散(北京中药三厂,9510043)、芩连

片(北京同仁堂中药提炼厂,9203006)为市售。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Delta Park C-18 色谱柱(3.9mm × 30cm),流动相为甲醇-乙腈-0.02mol/L H₃PO₄ 溶液(10 : 28 : 62),流速为 1.0ml/min,检测波长 254nm,灵敏度 0.1 AUFS。

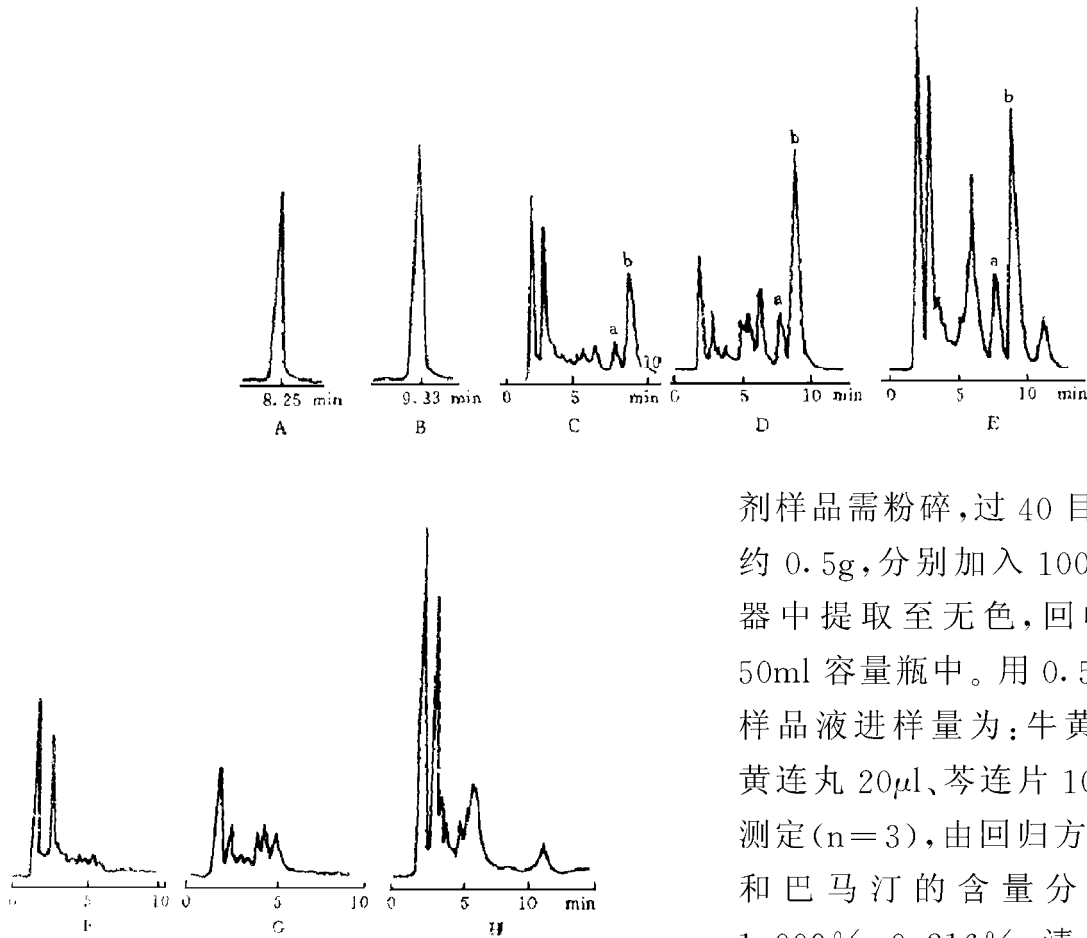
2.2 线性关系考察 精密称取盐酸小檗碱标准品 5.40mg、盐酸巴马汀标准品 5.07mg,分别用甲醇溶解并定容于 50ml 容量瓶中。各进样 1μl、5μl、10μl、15μl、20μl,按上述色谱条件测定(n=3),以峰面积为纵坐标,进样量(μg)为横坐标绘制工作曲线。回归方程为小檗碱:Y = 6030.80x + 881.68, r = 0.9995,线性范围为 0.11~2.16μg;巴马汀:Y = 4206.80x + 1230.54, r = 0.9997,线性范围 0.10~2.03μg。

2.3 仪器精密度实验 各精密吸取上述对

照品溶液 $10\mu\text{l}$, 重复进样 5 次, 小檗碱峰面积积分值的 RSD 为 0.51%, 巴马汀峰面积积分值的 RSD 为 0.56%。

2.4 阴性对照品的测定 除不加黄连或黄

柏外, 其它药各自按原处方制备, 并依照样品测定项下方法制备 3 种空白对照液并测定。结果表明, 在小檗碱及巴马汀出峰的保留时间, 无干扰峰存在。见附图。



附图 对照品、样品及空白液色谱图

A. 盐酸小檗碱 B. 盐酸巴马汀 C. 清胃黄连丸 D. 牛黄千金散 E. 芩连片 F. 清胃黄连丸空白对照 G. 牛黄千金散空白对照 H. 芩连片空白对照 a. 巴马汀, 保留时间为 8.25min b. 小檗碱, 保留时间为 9.33min

2.5 回收率实验 精密称取牛黄千金散样品 5 份, 各约 1g, 分别准确加入约 5mg 盐酸小檗碱标准品, 按样品测定项下方法操作, 定容于 100ml 容量瓶中, 进样 $7.5\mu\text{l}$, 结果见附表。

附表 小檗碱加样回收率实验

次数	样品中含量(mg)	对照品加量(mg)	测得总量(mg)	回收率(%)	\bar{x} (%)	RSD(%)
1	9.7742	5.015	14.7141	98.50		
2	9.7368	5.011	14.7068	99.27		
3	10.3705	5.015	15.3905	100.10	99.40	0.70
4	10.4098	5.017	15.3728	98.95		
5	9.2313	5.010	14.1623	98.38		

2.6 供试品溶液的制备及测定 丸剂和片

剂样品需粉碎, 过 40 目筛。精密称取样品各约 0.5g, 分别加入 100ml 甲醇, 在索氏提取器中提取至无色, 回收部分甲醇, 定容于 50ml 容量瓶中。用 $0.5\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤, 各样品液进样量为: 牛黄千金散 $12.5\mu\text{l}$ 、清胃黄连丸 $20\mu\text{l}$ 、芩连片 $10\mu\text{l}$ 。按上述色谱条件测定 ($n=3$), 由回归方程计算含量。小檗碱和巴马汀的含量分别为, 牛黄千金散: 1.009%, 0.216%; 清胃黄连丸: 0.427%, 0.103%; 芩连片: 1.260%, 0.379%。

3 讨论

本文比较了以 1% H_2SO_4 水溶液超声振荡、甲醇超声振荡及甲醇回流 3 种提取方法, 结果表明以甲醇回流提取得率最高, 干扰物少。实验还证实, 当提取液无色时, 可认为提取完全。由于巴马汀与小檗碱性性质极为相似, 故考察小檗碱的回收率即可知巴马汀回收率情况。

小檗碱与巴马汀的紫外吸收光谱极相似, $\lambda_{\text{max}}^{\text{MeOH}}$ 为 254nm、330nm、430nm, 以 254nm 处峰值最大, 因此选择 254nm 做为紫外检测波长, 以提高灵敏度。

参考文献

- [1] 王义明, 赵陆华, 林似兰等. 药学学报 1989; (4): 275
[2] 郭平, 李章万, 洪净等. 华西医科大学学报

1991;(1):90

(收稿:199607—2—2)

[3]赤田良信,藥學雜誌 1980;100:766