

## HPLC 测定舒阴洗液中苦参碱的含量

任洁, 刘光斌, 邹干朋, 刘效栓, 张宇博, 王艳  
(甘肃省酒钢医院, 甘肃 嘉峪关 735100)

[摘要] 目的: 建立舒阴洗液中苦参碱的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法, Inertsil ODS-SP 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水-三乙胺(3:97:0.2, 用磷酸调 pH 3.5), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 220 nm。结果: 苦参碱在 3.9 ~117.0 μg 呈良好的线性关系( $r=0.9999$ ), 平均回收率为 101.69%, RSD 1.84% ( $n=9$ )。结论: 本法简便、快速、准确, 可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 舒阴洗液; 苦参碱; 高效液相色谱

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2010)18-0076-02

## Determination of Matrine in Shuyin Lotion by HPLC

REN Jie, LIU Guang-bin, ZOU Gan-peng, LIU Xiao-shuan, ZHANG Yu-bo, WANG Yan  
(Jiugang Hospital of Gansu, Jiayuguan 735100, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a method for determination of matrine in Shuyin Lotion. **Method:** The matrine content was determined by HPLC on inertsil ODS-SP column (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) with a mobile phase of acetonitrile-water-triethylamine (3:97:0.2, adjusted to pH 3.5 with phosphoric acid), the flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, and the detection wavelength was set at 220 nm. **Result:** Matrine was linear in range of 3.9-117.0 μg ( $r=0.9999$ ). The average recovery was 101.69% with RSD of 1.84% ( $n=9$ ). **Conclusion:** The method is simple, quick and accurate. It can be used for the quality control of Shuyin lotion.

**[Key words]** Shuyin lotion; matrine; HPLC

舒阴洗液是由甘肃省酒钢医院研制的中药复方制剂, 处方主要由苦参、白鲜皮、蛇床子等中药组成, 具有祛风除湿、清热解毒、杀虫止痒的功效, 临床主要用于阴部瘙痒、阴道炎、体癣、脂溢性皮炎、湿疹等皮肤病, 有良好疗效。苦参为该制剂的君药, 苦参碱与氧化苦参碱为苦参药材的主要成分, 具有抗炎抑菌、抗病毒、免疫抑制等作用<sup>[1]</sup>。为了有效的控制药品的质量, 保证其疗效, 本试验采用 HPLC 法对制剂中苦参碱的含量进行测定, 方法简便、快速、准确, 可为舒阴洗液质量控制提供依据。

### 1 仪器和试剂

LC-2010AHT 型高效液相色谱仪(日本岛津),

岛津 LC solution 工作站; AUY220 电子分析天平(日本岛津); TU-1221 紫外-可见分光光度计(北京普析通用)。

苦参碱对照品(昆明科翔生物科技有限公司, 批号 20090814)。舒阴洗液(批号 090213, 091110, 091111)及阴性样品由酒钢医院制剂室提供。甲醇、乙腈为色谱纯; 水为超纯水; 其他试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 Inertsil ODS-SP(4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相乙腈-水-三乙胺(3:97:0.2, 用磷酸调 pH 3.5); 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长 220 nm; 柱温 25 °C; 进样量 10 μL。理论板数按苦参碱的峰计算不低于 4 000。

### 2.2 溶液的制备以及系统适应性试验

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取苦参碱对照品适量, 加流动相制成每 1 mL 含 39 μg 的溶液, 即

[收稿日期] 20100316(007)

[第一作者] 任洁, 主管药师, 学士学位, 研究方向: 药品检验,

Tel: 0937-6712956, E-mail: jgyylgb@sina.com

得。同法制备不含苦参的阴性对照溶液。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 精密量取本品 5 mL, 置分液漏斗中, 加入浓氨试液 1 mL, 用三氯甲烷提取 3 次, 每次 20 mL, 提取液蒸干, 残渣加流动相溶解并定容至 25 mL, 微孔滤膜过滤, 滤液作为供试品溶液。同法制备不含苦参的阴性对照溶液。

**2.2.3 系统适应性试验** 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液以及阴性对照溶液各 10  $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定。结果阴性样品在相应的保留时间无吸收峰出现(图 1)。

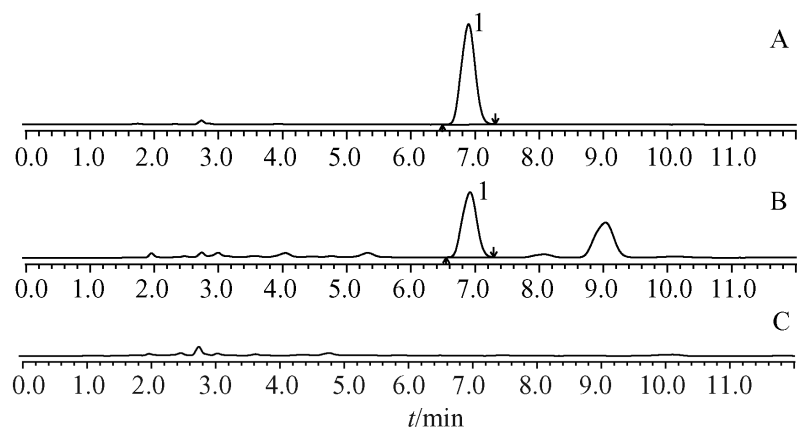


图 1 舒阴洗液中苦参碱含量测定 HPLC

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 苦参碱

**2.3 线性关系考察** 精密称取苦参碱对照品适量, 加流动相分别制成每 1 mL 含 3.9, 7.8, 19.5, 39.0, 58.5, 78.0, 117.0  $\mu$ g 的溶液, 分别吸取 10  $\mu$ L, 注入高效液相色谱仪中, 按上述色谱条件进行测定。以峰面积为纵坐标, 相应的对照品浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 苦参碱回归方程为  $A = 7830.97 C + 1134.88$ ,  $r = 0.9999$ , 表明苦参碱在 3.9 ~ 117.0  $\mu$ g 呈良好的线性关系。

**2.4 精密度试验** 精密吸取对照品溶液 10  $\mu$ L, 重复进样 5 次, 测定苦参碱峰面积, 得 RSD 0.12%, 表明仪器精密度良好。

**2.5 稳定性试验** 取同一批号(091111)供试品溶液分别于 0, 1, 2, 4, 6, 8 h 进样, 按上述色谱条件测定苦参碱的峰面积, 得 RSD 0.84%, 表明样品中的苦参碱在 8 h 内稳定。

**2.6 重复性试验** 取同一批号舒阴洗液样品 6 份(091111), 精密称定, 按 2.2.2 项下方法制备样品供试液, 进样含量测定, 结果苦参碱平均质量浓度为 0.14  $g \cdot L^{-1}$ , RSD 0.53%, 表明重复性良好。

**2.7 加样回收率试验** 取已知含量的同一批号(091111)样品 9 份, 精密加入一定量苦参碱对照品, 按 2.1 项色谱条件进样测定, 并计算回收率。结果见表 1。

表 1 苦参碱加样回收率测定

加样量 / mg	测得量 / mg	回收率 / %	平均值 / %	RSD / %
0.390	0.738 8	99.46	101.69	1.84
0.390	0.740 6	99.92		
0.390	0.741 2	100.08		
0.312	0.676 1	104.23		
0.312	0.676 7	104.42		
0.312	0.673 2	103.30		
0.234	0.587 2	100.98		
0.234	0.588 1	101.37		
0.234	0.588 3	101.45		

注: 样品苦参碱含量均为 0.350 9 mg。

**2.8 样品测定** 分别取 3 批样品, 按供试品溶液的制备方法制备供试品溶液, 每批测定 3 次。结果样品中苦参碱质量浓度分别为 0.14, 0.13, 0.15  $g \cdot L^{-1}$ 。

### 3 讨论

**3.1 测定成分的选择** 2005 年版《中国药典》(一部)<sup>[2]</sup> 苦参项下, 测定苦参碱与氧化苦参碱的总量以控制苦参药材质量。经试验, 制备中氧化苦参碱含量极小, 可能与制剂在制备过程中氧化苦参碱转化为苦参碱有关, 故本制剂仅以君药苦参中有效成分苦参碱作为含量测定的指标成分。

**3.2 流动相的选择** 根据相关参考文献, 调试了多种流动相系统, 其中多数为加入缓冲盐和表面活性剂, 但试验效果均不理想, 且缓冲盐对色谱柱及流路系统有影响; 而表面活性剂的使用会使流动相中存在大量泡沫, 不易过滤和平衡。苦参碱的紫外吸收波长在 213 nm 处, 所以流动相中的有机相不宜用甲醇(甲醇的紫外极限吸收波长为 210 nm)。故加入了适量的乙腈(乙腈的紫外极限吸收波长为 190 nm)。而当乙腈比例较高时, 苦参碱峰的保留时间会大幅度提前, 致使与杂质峰混合在一起, 当乙腈比例较低时, 苦参碱峰的保留时间较长, 但仍得不到较好峰形, 因苦参碱属于生物碱类成分, 所以向流动相中加入峰形改良剂三乙胺, 苦参碱的对称性、分离度均随三乙胺加入量的变化而变化, 最终确定流动相比例为乙腈-水-三乙胺(3 97 0.2, 用磷酸调 pH 3.5)。结果表明, 苦参碱峰的塔板数高, 与周围峰的分度好, 保留时间适中。

### [参考文献]

- [1] 吴智慧, 黄绳武, 胡锡波. 苦参碱的药理研究进展[J]. 中南药学, 2006, 4(5): 380.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2005: 141.

[责任编辑 仝燕]