

## 蒙药土茯苓七味汤散中盐酸小檗碱的 反相高效液相色谱法分析

陈红梅

(内蒙古民族大学附属医院临床蒙药剂部, 内蒙古 通辽 028042)

[摘要] 目的: 用高效液相色谱法测定蒙药土茯苓七味汤散中盐酸小檗碱的含量。方法: 色谱流动相为乙腈-水(30:70), 每1 000 mL 水中加入  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  3.4 g, 流速为  $0.8 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ , 紫外检测波长为 345 nm。结果: 盐酸小檗碱在 19 ~228  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$  具有良好的线性关系, 相关系数 0.999 8, 实验测得平均回收率 101.8%, RSD 1.87% ( $n=5$ )。结论: 本方法操作简便, 灵敏度高, 结果准确可靠。

[关键词] 土茯苓七味汤散; 盐酸小檗碱; 反相高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)09-0070-02

## Determination of Content of Berberine Hydrochloride in the Mongolian Medicine Tufuling Qiwei Powder by RP-HPLC

CHEN Hong-mei

(Department of Clinical Mongolian Medicines, Affiliated Hospital, Inner Mongolia  
University for Nationalities, Mongolian Province Tongliao 028042)

**[Abstract] Objective:** The RP-HPLC method for determination of Berberine Hydrochloride in mongolian herbal drug Tufuling Qiwei Powder was established. **Method:** Xterra (3.9 mm  $\times$  150 mm, 4  $\mu\text{m}$ ) was used as chromatographic column, acetonitrile-water (30:70) as a mobile phase, The flow rate was  $0.8 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  and detection wavelength was at 345 nm. **Result:** The linear range of Berberine Hydrochloride was 19 ~228  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $r=0.9998$ . The average recovery rate was 101.8%, RSD 1.87% ( $n=5$ ). **Conclusion:** The method was simple accurate and rapid with good reproducibility.

**[Key words]** Tufuling Qiwei Powder; berberine hydrochloride; RP-HPLC

蒙药土茯苓七味汤散为复方制剂, 由土茯苓、金银花、诃子、川楝子、栀子、黄连、瞿麦等 7 味药组成。具有清血热、止痛功能, 临床上常用于血热引起的头痛, 鼻子红肿, 咽喉肿痛, 经血过多等症。临床疗效显著, 收载于《中华人民共和国卫生部药品标准·蒙药分册》<sup>[1]</sup>和《内蒙古蒙成药标准》(补充本)<sup>[2]</sup>。本研究以黄连中的主要成分盐酸小檗碱为指标, 用

RP-HPLC 法测定其含量, 结果满意, 为该药品的质量控制提供了科学、可靠的定量分析方法。

### 1 材料

**1.1 仪器** LC-10A 型高效液相色谱仪, 附带 SPD-10A 紫外检测器, LC-10AD 色谱工作站(日本岛津公司); MilliQ Academic 型超纯水系统(美国 Millipore 公司); FA1604 型电子天平(上海天平仪器厂); 2200LH 型超声波提取仪(上海科导超声仪器有限公司); 80-2 型离心沉淀器(上海手术器械厂); 100-1000  $\mu\text{L}$  微量取样器(上海求精生化试剂仪器厂); 实验用水为超纯水。

**1.2 试药** 蒙药土茯苓七味汤散由内蒙古民族大

[收稿日期] 20100314(004)

[第一作者] 陈红梅, 主管药师, 硕士, 主要从事药品质量检验,

Tel: 13847546496, E-mail: chen hongmei611@126.

com

学附属医院蒙药制剂室提供。盐酸小檗碱对照品, 中国药品生物制品检定所提供, 批号(110713-200609); 实验用水为超纯水; 乙腈为色谱纯; 其他试剂均为分析纯。

**1.3 色谱条件** Waters 公司 Xterra(3.9 mm ×150 mm, 4 μm) 柱, 流动相乙腈-水(30:70, 每1 000 mL 水中加入 KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 3.4 g), 流速 0.8 mL · min<sup>-1</sup>; 检测波长紫外 345 nm, 柱温 25 ℃。见图 1。

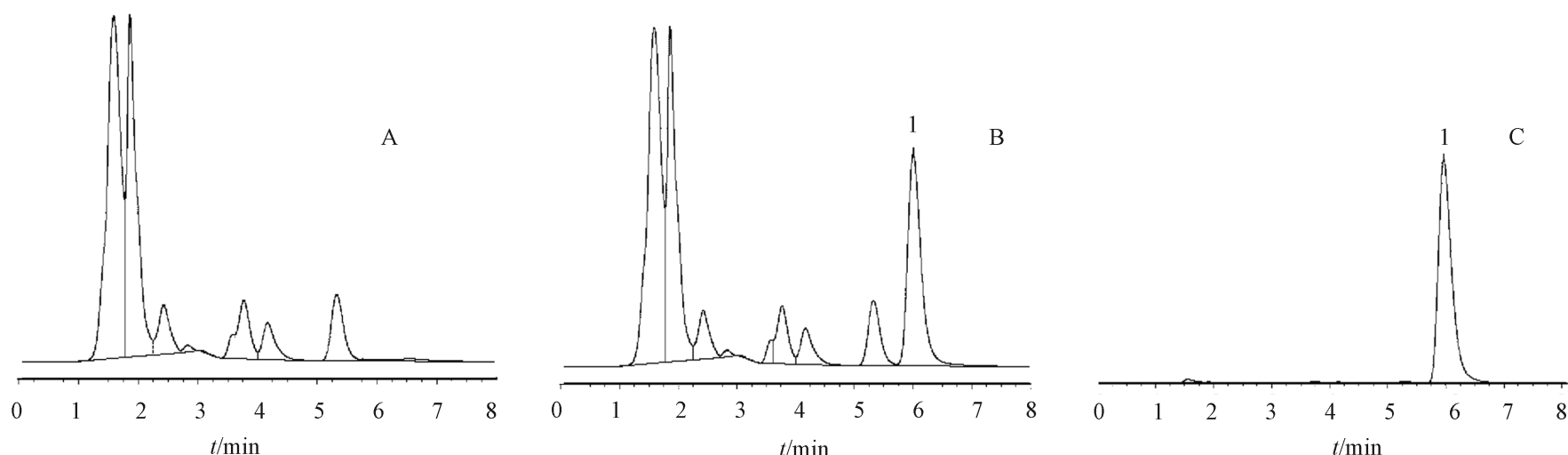


图 1 土茯苓七味汤散色谱图

A. 空白对照色谱图; B. 供试品色谱图; C. 盐酸小檗碱对照品色谱图; 1. 盐酸小檗碱

## 2 实验方法与结果<sup>[3]</sup>

**2.1 标准工作曲线** 精密称取 3.8 mg 的盐酸小檗碱对照品, 置于 10 mL 的量瓶中, 用甲醇溶解, 配制成 0.38 g · L<sup>-1</sup> 的标准溶液。吸取上述对照品溶液共 5 份, 每份 0.50 mL, 分别加不同体积甲醇, 得到浓度为 19, 38, 76, 114, 228 mg · L<sup>-1</sup>, 注入液相色谱仪 20 μL, 测定峰面积, 以浓度为纵坐标, 峰面积积分值为横坐标, 绘制工作曲线回归方程  $C = 2.147 \times 10^{-5} A - 2.424$ ,  $r = 0.9998$ , 结果表明盐酸小檗碱在 19 ~ 228 mg · L<sup>-1</sup>, 浓度与峰面积值呈良好的线性关系。

**2.2 供试品溶液的制备** 精密称取样品 0.2 g, 置具塞三角烧瓶内, 加甲醇 10 mL, 超声处理 40 min, 静置, 离心 10 min(3 500 r · min<sup>-1</sup>), 取上清液, 转移到 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 过微孔滤膜, 以备测试。

**2.3 稳定性试验** 取同一供试品溶液, 每隔 1 h 进样 20 μL 测试, 结果表明供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

**2.4 重复性试验** 精密取 10 份土茯苓七味汤散样品各 0.2 g, 在 2.2 项下方法制备后, 在上述色谱条件下进行分析, 计算盐酸小檗碱的含量, 结果其 RSD 为 1.73%, 表明方法重复性良好。

**2.5 回收率试验** 按实验方法测定样品溶液, 并进行加样回收试验, 计算回收率, 结果平均回收率为 101.8%, RSD 1.98% (n=5)。

**2.6 样品分析** 在上述色谱条件下, 进供试品溶液 20 μL, 测峰面积。用回归方程计算浓度, 计算含量,

测定结果见表 1。

表 1 土茯苓七味汤散样品测定结果 (n=3)

样品批号	测定值 /mg · g <sup>-1</sup>			平均值	RSD
				/mg · g <sup>-1</sup>	/%
20070707	1.053 9	1.056 1	1.054 3	1.054 8	0.11
20080625	1.152 1	1.151 9	1.153 1	1.152 4	0.06
20081210	1.084 3	1.082 7	1.083 4	1.083 4	0.07

## 3 讨论

在供试品溶液制备中, 对提取溶剂(乙醇, 甲醇, 50% 甲醇), 超声时间(20, 30, 40, 50 min) 进行了考察。结果表明, 用纯甲醇作超声提取 40 min, 样品中的盐酸小檗碱能够被充分提取。

实验曾以甲醇-0.02 mol · L<sup>-1</sup> 磷酸-水-乙腈(10:30:30:30), 乙腈-水-乙酸(15:80:5), 为流动相, 考察了色谱分离情况, 结果以乙腈-水(30:70), (每1 000 mL 溶液中含有磷酸二氢钾 3.4 g) 为流动相时, 样品中盐酸小檗碱保留时间适宜、峰形对称, 分离度符合分析要求。

## [参考文献]

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 蒙药分册. 1998: 62.

[2] 内蒙古自治区卫生厅. 内蒙古蒙成药标准[S]. 赤峰: 内蒙古科学技术出版社, 1988: 160.

[3] 席海山, 许良, 王志民, 等. 蒙药材肋柱花中盐酸小檗碱的反相高效液相色谱法分析[J]. 光谱实验室, 2008, 25(6): 1281.

[责任编辑 顾雪竹]