

苦参片中苦参碱和氧化苦参碱的含量测定

赵焕霞*

(河南三门峡食品药品检验所, 河南 三门峡 472000)

[摘要] 目的: 建立苦参片中苦参碱、氧化苦参碱的含量测定方法。方法: 采用高效液相法, 用氨基色谱柱, 以乙腈-无水乙醇-2% 磷酸溶液(81: 10: 9) 为流动相, 检测波长 220 nm。结果: 苦参碱在(5.25~ 210) $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、氧化苦参碱在(5.70~ 228) $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好。平均加样回收率: 苦参碱为 99.6%, RSD= 0.35%; 氧化苦参碱为 99.4%, RSD= 0.29%。结论: 该方法简便快速, 准确实用, 可用于控制苦参片的质量。

[关键词] 苦参片; 苦参碱; 氧化苦参碱; 高效液相

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2008)02-0013-02

苦参片由苦参单味药组成, 具有清热燥湿, 杀虫的功效。用于湿热蕴蓄下焦所致之痢疾, 肠炎, 热淋及阴肿阴痒, 湿疹, 湿疮等症。原标准中无含量测定项, 为了更好地控制产品质量, 对本品中苦参碱、氧化苦参碱进行了含量测定方法的研究。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: SSI Series IVpump; 紫外可变波长检测器: SSI 500 UV 检测器; 色谱数据处理工作站: 北京泰立 TL-9900 色谱工作站。试剂: 苦参碱对

照品(批号: 110805-200306 中国药品生物制品检定所提供); 氧化苦参碱对照品(批号: 0780-200004 中国药品生物制品检定所提供); 乙腈为色谱纯; 水为纯化水; 其它试剂为分析纯; 苦参片样品(批号: 20061101, 20061102, 20061201 由河南广宇博科生物制药有限公司提供)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Thermo Aps II 原装氨基色谱柱(250 mm \times 4.6 mm, SNM), 以乙腈-无水乙醇-2% 磷酸溶液(81: 10: 9) 为流动相, 流速 1 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$, 检测波长为 220 nm。理论板数按氧化苦参碱计算应不低于 2 000。

[收稿日期] 2007-05-09

[通讯作者] * 赵焕霞, Tel: (0398) 2932920

2.2 对照品溶液的制备 精密称取苦参碱对照品、氧化苦参碱对照品适量, 分别加乙腈-无水乙醇(80:20)溶解, 制成每 1 mL 含苦参碱 0.055 5 mg, 氧化苦参碱 0.015 2 mg 的溶液, 即得。

2.3 供试品液的制备 取本品 20 片, 除去包衣, 研细, 取约 2 片重, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加浓氨试液 0.5 mL, 精密加入三氯甲烷 20 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250 W, 频率 33 kHz) 30 min, 放冷, 再称定重量, 用三氯甲烷补足减失的重量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 5 mL, 通过中性氧化铝柱(100~200 目, 8 g, 内径 1 cm), 依次以三氯甲烷、三氯甲烷-甲醇(7:3)各 20 mL 洗脱, 收集洗脱液, 回收溶剂至干, 残渣加无水乙醇适量使溶解, 并转移至 10 mL 量瓶中, 加无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 即得。

2.4 检测波长的确定 参照《中国药典》^[1] 苦参项下苦参碱、氧化苦参碱含量测定的检测波长和紫外扫描, 拟订检测波长为 220 nm。

2.5 阴性对照溶液的制备及干扰性考察 按供生产工艺制备方法制备缺苦参的阴性对照样品, 按供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。经过对照品溶液、供试品溶液、及阴性对照溶液进样检验, 阴性对照样品对苦参碱、氧化苦参碱测定无干扰。

2.6 线性关系考察 取苦参碱、氧化苦参碱对照品适量, 按对照溶液的制备方法制成每 mL 含苦参碱 5.25, 26.25, 52.50, 105, 210 μg 和含氧化苦参碱 5.7, 28.5, 57, 114 μg, 228 μg 的溶液, 分别进样 10 μL 测定, 测定峰面积, 绘制标准曲线, 结果表明苦参碱在(5.25~210) μg·mL⁻¹ 范围内线性关系良好, 回归方程: $Y = 7E - 0.5X - 0.3921, r = 0.9999$; 氧化苦参碱在(5.70~228.00) μg·mL⁻¹ 范围内线性关系良好, 回归方程: $Y = 7E - 0.5X + 0.7115, r = 1.0000$ 。

2.7 精密度考察 取同一份对照品溶液, 进样量 10 μL, 重复进样 6 次, 测定峰面积, 结果表明苦参碱 RSD 为 0.62%, 氧化苦参碱 RSD 为 0.47%, 说明本法精密度良好。

2.8 重复性考察 取同一批号(批号: 221102) 供试品, 按供试品溶液制备方法制备 6 份供试液, 测定苦参碱和氧化苦参碱含量(平均片重: 0.323 5g)。结果苦参碱 RSD 为 0.73%, 氧化苦参碱 RSD 为 0.65%, 说明本法具有良好重复性。

2.9 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号:

221102), 分别在 0, 2, 4, 6, 8 h 测定苦参碱和氧化苦参碱的峰面积, 结果苦参碱 RSD 为 0.52%, 氧化苦参碱 RSD 为 0.97%, 表明制备的供试液在 8 h 内稳定。

2.10 加样回收率试验 取同一批号已知含量供试品[批号: 221102, 苦参碱含量(mg/片) 1.075、氧化苦参碱含量(mg/片) 0.302, 平均片重: 0.323 5g] 20 片, 研细, 混匀, 取约 1 片重, 精密称定, 共取 6 份, 分别加入苦参碱、氧化苦参碱适量, 按照供试品溶液制备方法制备供试品溶液, 进样量 5 μL, 测定苦参碱、氧化苦参碱峰面积, 计算苦参碱、氧化苦参碱的含量, 并计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率试验(1 苦参碱 2 氧化苦参碱)

称样量 (g)	样品中含量 (mg)		加入量 (mg)		总测得值 (mg)		加收率 (%)	
	1	2	1	2	1	2	1	2
0.325 2	1.081	0.303 7	1.776	0.486	2.854	0.790	99.8	99.9
0.327 7	1.089	0.306 1	1.776	0.486	2.847	0.789	99.0	99.3
0.315 9	1.050	0.295 1	1.776	0.486	2.825	0.777	99.9	99.1
0.322 5	1.072	0.301 2	1.776	0.486	2.837	0.785	99.4	99.5
0.338 6	1.125	0.316 3	1.776	0.486	2.895	0.799	99.7	99.3
0.325 4	1.081	0.303 9	1.776	0.486	2.853	0.786	99.8	99.2

样品平均回收率: 苦参碱为 99.6%, RSD 0.35%; 氧化苦参碱为 99.4%, RSD 0.29%。结果表明本法具有良好的回收率。

3 样品测定

取 3 批产品, 分别按照供试品溶液制备方法制备供试品溶液, 按正文含量测定方法进行测定, 测定结果见表 2。

表 2 样品测定

批号	苦参碱含量 (mg/片)	氧化苦参碱含量 (mg/片)	总含量 (mg/片)
20061101	1.079	0.300	1.379
20061102	1.078	0.312	1.390
20061201	1.076	0.311	1.387

4 讨论

在试验过程中, 对提取时间进行了考察, 结果表明样品超声提取 30 min 即可将苦参碱、氧化苦参碱提取完全。

本试验采用 HPLC 法测定苦参片中苦参碱、氧化苦参碱的含量, 方法简单、快捷、准确, 适合作为该制剂的含量测定方法。

[参考文献]

[1] 中国药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 141.