

HPLC 法测定盆炎愈胶囊中盐酸小檗碱的含量

张伟奇

(河南省中药研究所, 河南 郑州 450004)

摘要: 采用 HPLC 法测定盆炎愈胶囊中盐酸小檗碱的含量, C₁₈ 反相柱, 以乙腈-0.1% 磷酸(36:64) 为流动相, 结果在 0.094~0.470μg 范围内峰面积与其浓度呈良好线性关系, 平均回收率为 98.32%, RSD% = 2.19。本法简便、准确, 重现性好, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 盆炎愈胶囊; 盐酸小檗碱

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)01-0015-02

盆炎愈胶囊是根据中医著名古方“五味消毒饮”加减, 经提取、精制后制成的胶囊剂, 由黄柏、金银花、蒲公英、紫花地丁、野菊花等组成, 黄柏的主要成分盐酸小檗碱为该制剂的有效成分, 可作为控制该制剂质量的一个重要指标。盐酸小檗碱用薄层扫描法和 HPLC 法测定有所报道^[1-2], 本文采用 HPLC 法测定盆炎愈胶囊中盐酸小檗碱的含量, 测定方法简便、专属、可靠。

1 仪器与试剂

岛津高效液相色谱仪(LC-10ATVP 泵、SPD-M10AVP 检测器); TP-150 超声波清洗仪(北京天鹏科学仪器公司); FA1104 电子天平(上海天平仪器厂);

盆炎愈胶囊(自制): 盐酸小檗碱对照品(供含量测定用, 0713-9906, 中国药品生物制品检定所出品); 乙腈为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Kromasil C18(4.6×200mm, 5μm); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸(36:64); 流速: 1ml/min; 检测波长: 346nm, 柱温: 室温。理论板数按盐酸小檗碱峰计算, 应不低于 3500。

2.2 线性关系的考察 精密称取干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品 4.7mg, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品溶液。精密吸取对照品溶液 2.4、6.8、10μl 进样, 按上述色谱条件进行测定。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $y = 4414214.89x - 48157.2$, $r = 0.9998$ 。盐酸小檗碱在 0.094~0.470μg 范围内

峰面积与进样量呈良好线性关系。

2.3 精密度试验 精密吸取对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10μl, 峰面积的 RSD 为 0.74%。

2.4 阴性对照试验 按处方比例及工艺制成缺黄柏阴性样品。按上述方法测定, 结果表明处方中其他成分对测定结果无影响。

2.5 稳定性试验 取供试品溶液, 在 0.2、4、6、8、10h 分别进样 10μl, 测定, 峰面积的 RSD 为 1.29%。

2.6 重复性试验 取同一批样品, 按样品测定法测定 5 次, 结果平均含量为 2.40mg/g, RSD 为 1.88%。

2.7 样品的测定 取本品内容物, 研细, 取约 0.7g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加盐酸-甲醇(1:100) 50ml, 称定重量, 超声处理 20min, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 10ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl, 注入液相色谱仪, 测定, 3 批样品中盐酸小檗碱含量为 2.42、2.33、2.62(mg/g)。

2.8 加样回收试验 精密称取已知含量的样品, 分别加入一定量的盐酸小檗碱对照品, 按样品测定法测定, 结果见表 1。

表 1 加样回收测定结果

编号	样品中含量 (mg)	加入量 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.9531	0.400	1.3489	98.95		
2	0.9587	0.400	1.3680	102.33		
3	0.9612	0.801	1.7389	96.01	98.32	2.19
4	0.9593	0.801	1.7378	96.11		
5	0.9544	1.210	2.1348	97.55		
6	0.9558	1.210	2.1533	98.97		

3 讨论

用盐酸-甲醇(1:100)提取比用甲醇提取更完全。

试验比较了三组流动相:乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液不同比例;乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液-二乙胺不同比例;乙腈-0.1% 磷酸不同比例。结果以乙腈-0.1% 磷酸(36:64)分离效果最佳。

本文建立的高效液相色谱法测定盆炎愈胶囊中

盐酸小檗碱的含量,方法简便、准确,重现性好,可用于该制剂的质量控制。

参考文献:

- [1] 金佩芬, 缪华蓉, 钱亚萍, 等. HPLC 测定戊己丸中盐酸小檗碱和巴马汀的含量[J]. 中成药, 2001, 23(1): 24-25.
- [2] 吕琳, 朱宇明, 司云珊, 等. HPLC 法测定荡涤灵(冲剂)中盐酸小檗碱含量[J]. 中草药, 2000, 31(1): 28.