

黄连清心片中盐酸小檗碱的含量测定

钮旭升¹, 林璐², 张贵伍¹ (1. 哈药集团中药二厂研究所, 哈尔滨 150078; 2. 哈药集团制药总厂, 哈尔滨 150086)

摘要:目的 建立黄连清心片中盐酸小檗碱含量测定方法。方法 采用荧光扫描法进行测定, 激发波长 $E_x = 345\text{ nm}$, 发射波长 $E_m = 550\text{ nm}$ 。结果 盐酸小檗碱线性范围 $0.025 \sim 0.125\text{ }\mu\text{g}$, 回收率为 98.64% , RSD 为 1.35% 。结论 本方法稳定, 重现性好, 灵敏度高, 可用于黄连清心片的质量评价。

关键词: 黄连清心片; 盐酸小檗碱; 含量测定

中图分类号: R283.6; R917.102

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2003)04-0296-02

Determination of berberine hydrochloride in Huanglianqingxin tablets

NIU Xu-sheng¹, LIN Lu², ZHANG Gui-wu¹ (1. Harbin Pharmaceutical Group Co., Ltd., Second Chinese Medicine Factory, Harbin 150078, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of Berberine hydrochloride in huanglianqingxin tablets.

METHOD Fluorescence scanning method was selected to determine the contents, $E_x = 345\text{ nm}$, $E_m = 550\text{ nm}$. **RESULTS** Linear range of berberine hydrochloride was $0.025 \sim 0.125\text{ }\mu\text{g}/\mu\text{L}$. The recovery of berberine hydrochloride rate was 98.64% (RSD = 1.35%). **CONCLUSION** This method is feasible, stable, sensitive and has good repeatability, and could be used to control the quality of huanglianqingxin tablets.

KEY WORDS: Huanglianqingxin tablets, berberine hydrochloride, determination

黄连清心片为复方制剂, 由黄连、连翘、栀子等十味药组成, 其中黄连为君药, 具有清热燥湿、泻火解毒之功效^[1], 药理实验证实^[2]其有效成分是生物碱, 而小檗碱又为生物碱中的主要成分, 呈盐酸盐(氯化物)状态存在, 故以薄层荧光扫描法^[3,4]测定盐酸小檗碱含量来控制黄连清心片的质量, 本方法操作简便, 检测灵敏, 精密度良好。

1 仪器与药品

CS-910 薄层扫描仪(日本岛津); 薄层色谱定量点样管(美国 Drummond Co.)。

硅胶 G 薄层板由青岛海洋化工集团公司生产; 实验中所用试剂均为分析纯。

盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备

取干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品约 2.5 mg , 精密称定, 用甲醇溶解并定容于 100 mL 量瓶中, 即得。

2.2 供试品溶液的制备

取本品约 0.3 g , 精密称定(同时取样测水分)置 250 mL 圆底烧瓶中, 加盐酸-甲醇(1:100) 100 mL 回流提取 3 次, 每次 1 h , 合并三次提取液, 浓缩并用甲醇定容于 100 mL 量瓶中, 即得。

2.3 薄层分离条件

采用硅胶 G 板, 用醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:7:1:1)上行展开, 展开前在层析缸中预先饱和 15 min 再用, 展距 15 cm , 取出晾干, 于 365 nm 紫外灯下定位, 盐酸小檗碱的 Rf

值约为 0.55 。在此条件下, 盐酸小檗碱斑点圆整, 无拖尾现象。

2.4 薄层扫描条件

波长选择: 激发波长 $E_x = 345\text{ nm}$, 发射波长 $E_m = 550\text{ nm}$; 扫描方式: 反射式锯齿扫描; 狭缝: $6.0 \times 0.3\text{ mm}$; 扫描速度: $40\text{ mm}/\text{min}$; 纸速: $20\text{ mm}/\text{min}$; 散射参数: $S_X = 3$ 。

2.5 标准曲线的绘制

分别吸取盐酸小檗碱对照品溶液 $1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0\text{ }\mu\text{L}$, 间隔 2 cm 依次点于同一硅胶 G 薄层板上, 按 2000 年版药典一部薄层扫描法项下操作, 得出盐酸小檗碱的量在 $0.025 \sim 0.125\text{ }\mu\text{g}$ 之间与积分值呈良好的线性关系, 回归方程为: $Y = 75.6920 + 5615.9202X$, 相关系数为 0.9995 , 由于直线不经过原点, 故采用外标二点法测定。

2.6 稳定性试验

取盐酸小檗碱对照品溶液 $2\text{ }\mu\text{L}$, 点于硅胶 G 薄层板上, 展开, 取出, 晾干(约 20 min)。按扫描条件, 每隔 5 min 扫描一次, 结果在 1 h 内, 峰面积积分值基本不变, $RSD(\%) = 0.78\%$ 。

2.7 样品提取时间的确定

取回流提取后的供试品, 按供试品溶液的提取方法再提取三次, 同法处理样品并点于硅胶 G 板上, 同时以盐酸小檗碱对照品作对照, 展开, 取出, 晾干, 于 365 nm 紫外灯下检视, 于对照品溶液相应位置上无斑点, 且进行荧光扫描, 结果无吸收, 证明样品液经 3 h 已提取完全。

2.8 回收率测定

取同批样品混匀后,精密称定 2 份,每份约 0.15g,其中一份加盐酸小檗碱对照品 0.9 ~ 2.7 mg,分别按供试品溶液制备方法制备样品,作为加样混合液及样品液,在同一块硅胶 G 薄层板上,相距 2cm 分别点混合液 2 μ L,样品液 2 μ L,对照品溶液 4 μ L,各做两份,展开,取出,晾干,按扫描条件进行扫描测定,用外标二点法计算,同法制备 3 组加不同量对照品的加样混合液,结果见表 1。

表 1 回收率试验

Tab 1 Results of recovery

组数	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
一组	2.69	2.66	98.88	98.64	1.35
		2.65	98.51		
二组	1.81	1.76	97.24	98.64	1.35
		1.78	98.34		
三组	0.91	0.89	97.80	101.10	
		0.92	101.10		

2.9 精密度测定

板内误差 吸取盐酸小檗碱对照品点于同一硅胶 G 板上呈等距离的 6 个点,点样量均为 4 μ L,测定其荧光强度,结果为 RSD(%) = 1.15%。同法点样量为 2 μ L 时板内误差 RSD(%) = 2.91%。

板间误差 吸取盐酸小檗碱对照品点于同一硅胶 G 板上,同上所述测定荧光强度。结果为 RSD(%) = 2.13%。同法点样量为 2 μ L 时板间误差 RSD(%) = 3.96%。

2.10 供试品中盐酸小檗碱的测定

取本品约 0.5g,精密称定(同时取样测水分)置 250 mL 圆底烧瓶中,加盐酸-甲醇(1:100)100 mL 回流 3 次,每次 1 h,合并三次提取液,浓缩并用甲醇定容于 100 mL 量瓶中,按薄层扫描条件测定,利用外标两点法计算样品中盐酸小檗碱的含量。同法测定 6 批,每批平行 2 份。结果黄连清心片中盐酸小檗碱的含量为 12.34 mg/g, RSD(%) = 2.76%。

3 讨论

3.1 实验中曾采用了超声提取法,回流提取法,索氏提取法对样品进行提取,扫描测定,结果以相同的溶剂回流提取法最完全,经薄层展开,盐酸小檗碱斑点与邻近斑点完全分离且斑点圆整。

3.2 本实验用的展开系统和扫描条件对多种药品中的盐酸小檗碱的展开及含量测定均取得满意效果,因此可用于含有盐酸小檗碱的其他制剂的质量控制。

参考文献

- [1] 李文栓,刘保洁,苏红芝.黄连素的临床新用途[J].广西药学,2000,22(5):1009.
- [2] 耿东升.黄连素的抗炎与免疫调节作用[J].解放军药学报,2000,16(6):317.
- [3] 杨广德,杨二库,王嗣岑.薄层色谱-荧光分光光度法测定黄连中小檗碱的含量[J].西北药学杂志,2000,15(4):159.
- [4] 杨春生,杨风海,欧阳彪.双波长薄层扫描法测定小檗皮中盐酸小檗碱的含量[J].青海医药杂志,2001,31(8):58.

收稿日期:2002-01-15