去糖胶囊中盐酸小檗碱的含量测定

杨晓云¹, 吴爱英¹, 田金改², 高天兵² (1. 山东省青岛市药品检验所, 山东 青岛 266071; 2. 中国生物制品检定所, 北京 100100)

摘要:目的 建立测定盐酸小檗碱含量的方法。方法 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 以乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钾 (28:72) 为流动相, 进行含量测定。结果 盐酸小檗碱在 $0 \sim 1.108 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内呈良好的线性关系。平均回收率为 97.8%, RSD=1.54%。结论 可用于去糖胶囊的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 盐酸小檗碱; 去糖胶囊

中图分类号: R284.1; R917.401 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2003)05-0400-03

HPLC determination for berberine hydrochloric of Qutang capsule

作者简介: 杨晓云(1965-), 女, 1988年毕业于北京中医药大学, 副主任药师, 主要从事中药分析检验和质量标准研究。

ABSTRACT:OBJECTIVE A HPLC method was established for the determination for berberine hydrochloric of Qutang capsule. **METHOD** The chromatographic system consist of Dikma diamondsil C₁₈. The mobile phase consisted of acetonitrile:0.05 mol/L KH₂PO₄(28:72)(v/v). **RESULTS** The standard curves for berberine hydrochloric was liner in the rang of 1~1.108 mg·mL⁻¹. The recovery rate was 97.8% RSD=1.54%. **CONCLUSION** The method can be applied to rapid qualitative and quantitative determination of berberine hydrochloric of Qutang capsule. **KEY WORDS:**HPLC; berberine hydrochloric; Qutang capsule

去糖胶囊是由生地黄、山药、黄连、山茱萸、牡丹皮、葛根等多味中药组成的,具有滋阴补肾、清热泻火、升津止渴、益气降糖的作用。用于燥热伤肺、胃燥津伤、肾阴亏虚、阴阳两虚、阴虚阳浮等证型的消渴症。由于处方组成复杂,各药味量较少,给建立选择性较强的成分分析方法工作带来一定难度。为了更好地控制其内在质量,通过定性鉴别,发现盐酸小檗碱的含量较高,且黄连为原粉入药,在处方中为主要成分。故本实验采用高效液相色谱法,对其活性成分盐酸小檗碱进行了含量测定。

1 仪器与试剂

PELC-200 高效液相色谱仪(PerkinElmer);LC295 紫外/可见检测器。盐酸小檗碱对照品(中国生物制品检定所,含测用,批号为0713-9605),去糖胶囊(香港远大制药有限公司,批号为020408,020409,020410)。

2 色谱条件

色谱柱:DikmadallolsilC₁₈柱,以乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钾(28:72)为流动相,流速:1.0 mL·min⁻¹,柱温:25℃,检测波长 350 nm,理论塔板数以盐酸小檗碱峰计算应不低于 4000,分离度大于 1.5。

3 溶液的制备

3.1 对照品溶液的制备

取盐酸小檗碱对照品约 5 mg,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,作为对照品溶液(0.1 mg·mL⁻¹)。

3.2 供试品溶液的制备

取本品内容物 1 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加 2% 盐酸-甲醇(1:1)溶液,超声提取 20 min,并稀释至刻度,作为供试品溶液。

4 标准曲线的制定

精密吸取对照品溶液 0.2, 4, 6, 8, 10 mL,分别置 10 mL 量瓶中,以甲醇稀释至刻度。分别进样 10 μL,以对照品盐酸小檗碱的毫克数为横坐标,相应峰面积积分为纵坐标,计算回归方程:Y=10856529.7 X-29886.5; r=0.9997。结果表明:盐酸小檗碱在 0~1.108 μg·mL⁻¹内呈良好的线性关系。

5 空白试验

按处方制备工艺制得不含黄连的空白试样,依样品测定

法操作,对空白样品进行测定,结果表明,在对照品相应位置无干扰。

6 精密度考察

精密吸取对照品溶液 10 μL,连续进样 5 次,测得相应峰面积为 403 621, 403 521, 402 136, 402 978, 400 751; RSD 为 0.27%。

7 重复性试验

取同批号(020408)供试品,照含量测定方法平行测定 5 次,外标法计算含量,结果盐酸小檗碱的含量分别为 2.12, 2.10, 1.98, 2.10, 1.96 mg/粒, RSD=1.8%。

8 回收率试验

取已知含量(批号 020408)的样品各 5 份,分别精密加入一定量的盐酸小檗碱对照品溶液,照含量测定方法测定,计算加样回收率。结果见表 1。

表 1 盐酸小檗碱回收率测定结果

Tab 1 Recovery rate of Qutang capsule

样品量(g)	样品中盐酸小檗碱量(μg)	加入盐酸小檗碱量(μg)	测定总量(μg)	回收率(%)
0.770	54.5	44.0	97.5	98.2
0.706	50.0	44.0	93.3	98.6
0.763	54.0	44.0	96.9	98.0
0.650	46.0	44.0	89.5	99.0
0.593	42.0	44.0	84.0	95.2

注:平均回收率:97.8% RSD=1.54%

Note: The average recovery:97.8%, RSD=1.54%

9 讨论

9.1 曾试图采用甲醇-水(28:72);甲醇-乙腈-水(12:8:80)流动相进行色谱分析^[1-4],结果盐酸小檗碱的峰有拖尾,达不到理想的效果,多次实验后发现本实验的分离系统,峰形均好。

9.2 本实验处方大,药味多,组成复杂,各药味量较少,对于建立一种至二种选择性强,方法灵敏、准确,并且能控制其产品质量的量化指标十分重要,同时也给成分分析工作带来一定难度,但经反复实验,最终选择本实验方法,其测定黄连中盐酸小檗碱含量的方法也可应用于同类中药制剂。

9.3 处方中所用黄连为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch. 其盐酸小檗碱的含量为 5.1%。

9.4 笔者在实验中曾采用不同提取方法对盐酸小檗碱含量进行了考察,结果甲醇提取每粒含量为1.31 mg;2%盐酸-甲醇(0.5:1)提取1.65 mg;2%盐酸-甲醇(1:1)提取10 min 1.89 mg;2%盐酸-甲醇(1:1)提取10 min 1.92 mg;2%盐酸-甲醇(1:1)提取20 min 1.97 mg;2%盐酸-甲醇(1:1)提取30 min 1.96 mg。本文的实验方法为最佳。

参考文献

[1] 王海波,张永光,孙波,杨俊峰.高效液相色谱法测定儿腹康口

服液中秦皮甲素及盐酸小檗碱含量[J].中药新药与临床药理,1999,10(6):370.

[2] 郑俊华,梁德安.黄连俞伤组织的诱发及小檗碱和药根碱的含量测定[J].药物分析杂志,1998,18(2).

[3] 高天兵,田金改.HPLC法测定脑心康中金丝桃苷的含量[J].中国中药杂志,2000,25(6):351.

[4] 朱龙.胃舒泰胶囊中小檗碱含量[J].中国中药急症,1997,6(5)225.

收稿日期:2002-12-29