

高效液相色谱法测定妇洁洗液中槐定碱的含量

谢东, 罗轶(广西壮族自治区药品检验所, 广西 南宁 530021)

摘要: **目的** 为妇洁洗液建立专属性含量测定方法。 **方法** 采用高效液相色谱法对槐定碱进行了含量测定, 采用 Hypersil NH₂ 柱, 流动相为乙腈-磷酸水溶液(pH = 2)-无水乙醇(80: 8: 10)。 **结果** 线性范围 0. 101 ~ 2. 020 μg, 平均回收率为 97. 99%, RSD = 1. 68% (n = 6)。 **结论** 本法操作简便, 易行, 具有实用性。

关键词: 妇洁洗液; 高效液相色谱法; 槐定碱

Determination of sophoridine in FuJie XiYe by HPLC

XIE Dong, LUO Yi(Guangxi Province Institute for Drug Control, Nanning 530021, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE A quality control method was established for FuJie XiYe. **METHOD** The sophoridine was determined by HPLC with a Hypersil NH2 column. The mobile phase was acetonitrile-phosphoric acid solution (pH = 2)-dehydrated Ethanol (80: 8 : 10). **RESULTS** The method was linear within the range of 0.101 to 2.020μg, the average recovery was 97.99%, and the RSD was 1.68%. **CONCLUSION** This method is rapid, simple and accurate

KEY WORDS: FuJie XiYe; HPLC; sophoridine

妇洁洗液是由苦豆草总碱、黄柏、百部、蛇床子、薄荷脑等药味经提取加工精制而成的外用液体制剂,具有清热解毒、燥湿杀虫之功效,适用于阴道炎症属湿热型患者。处方中苦豆草总碱为方中君药,其主要有效成分为生物碱类,如槐定碱等,为了有效地控制本品的质量,对本品处方中苦豆草总碱所含的槐定碱,作了含量测定方法的研究。从结果看,本方法简便、灵敏,重现性好,可控制本品的质量。

1 仪器与试剂

美国 Waters 公司 Waters515 泵, Waters 717PLUS 自动进样器, Waters2487 紫外检测器, PCM 泵控制器, TCM 温度控制器; Millennium³² 色谱工作站; MILLI-PROA 纯水处理器。

槐定碱对照品: 中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0784-9702, 供鉴别用, 用归一化法检查纯度其含量为 98.3%, 符合含量测定要求。

乙腈为色谱纯, 水为高纯水, 其它试剂均为分析纯。样品及缺苦豆草总碱的阴性对照样品: 广西欢宝药业有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱 Hypersil NH₂ 柱 (10μm, 4.6 mm × 250mm), 流动相: 乙腈-磷酸水溶液 (pH = 2)-无水乙醇 (80: 8: 10); 流速: 1.0 mL/min, 检测波长: 220nm, 柱温: 40℃。进样量为 10μL。理论板数 (n) 按槐定碱峰计算, 实际测定时均在 1600 之上, 此时分离度均大于 1.5, 符合药典规定。

2.2 干扰试验

取缺苦豆草总碱的阴性样品, 按供试品溶液制备项下的方法提取, 测定。结果在槐定碱峰相应的保留时间无吸收峰, 表明处方中其它成分对测定无影响。

2.3 线性关系考察

精密称取槐定碱对照品 25.25mg, 加甲醇使溶解并转移至 50mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 0.2、0.6、1.2、3、4mL, 置 10mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 分别进样 10μL, 进行测定。以对照品进样量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标绘制标准曲线, 则回归方程为: $Y = 385005.2215X - 12084.5797$, $r = 0.9999$ 。结果表明: 槐定碱在进样量在 0.101 ~ 2.020μg/10μL 范围内时, 进样量与槐定碱峰面积呈良

好的线性关系。

2.4 精密度试验

对同一供试品溶液 (20000701 批), 按正文拟订的色谱条件, 连续测定 6 次, 计算槐定碱含量。结果表明 6 次测定结果的平均值为 0.242mg/mL, RSD 为 1.10% (n = 6)。

2.5 重复性试验

对同一批样品 (2000701 批), 按正文拟订的方法平行测定 6 份, 结果见表 3。6 份测定结果的平均值为 0.244mg/mL, RSD = 0.42% (n = 6)。

2.6 稳定性考察

对同一供试品溶液 (20000701 批), 每隔 2h 测定一次, 共测定 6 次, 结果 6 次测定的槐定碱含量的平均值为 0.243mg/mL, RSD 为 0.99% (n = 6), 试验表明, 在 10h 内, 被测物稳定。

2.7 加样回收率测定

精密吸取已知含量的妇洁洗液 (20000701 批) 10mL, 精密添加槐定碱对照品 (精密称取槐定碱对照品 25.80mg, 加 10% 乙醇使溶解并定容至 100mL, 精密吸取 10mL 加入), 按拟订的方法提取、测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 97.99%, RSD = 1.68% (n = 6), 符合定量分析的要求, 详见表 1。

表 1 回收率测定结果

Tab 1 Results of recovery test (n = 6)

序号	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	X (%)	RSD (%)
1	2.421	2.580	4.8979	96.00	97.99	1.68
2	2.421	2.580	4.9783	99.12		
3	2.421	2.580	4.9068	96.34		
4	2.421	2.580	5.0019	100.03		
5	2.421	2.580	4.9343	97.41		
6	2.421	2.580	4.9764	99.05		

2.8 样品测定

对照品溶液的制备 精密称取槐定碱对照品适量, 加乙腈-无水乙醇 (8: 1) 制成每 1mL 含 0.1mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 20mL, 加氨试液调 pH 值至 9 ~ 10, 用氯仿提取 4 次, 每次 20mL, 合并提取液, 回收溶剂至干, 残渣用乙腈-无水乙醇 (8: 1) 使溶解, 转移至

25mL 量瓶中并稀释至刻度,摇匀,滤过,取滤液,即得。

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,测定,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

Tab 2 Assay results of samples($n = 4$)

批 号	平均值(mg/mL)	RSD(%)
20000101	0.0736	0.16
20000201	0.0736	0.40
20000301	0.0841	0.25
20000401	0.0738	0.30
20000701	0.2421	0.20
20000702	0.2379	0.43
20000901	0.2076	1.22
20010101	0.1836	0.16
20010201	0.2067	0.37
20010301	0.2321	0.22

3 讨论

3.1 实验条件的选择

由于本品为液体制剂,故选择常规生物碱类成分的提取方法,即先碱化后再以氯仿提取,试验中曾采用直接蒸干定容和过氧化铝柱后再蒸干定容的方法,结果表明是否过氧化铝柱,对本品的色谱行为无明显影响,故正文中选择提取液直接回收溶剂后再溶解定容的方法,减少操作步骤,能达到控制本品质量的目的。

3.2 由于测定时采用的是正相柱,流动相为反相,故在测定前后必须注意对色谱柱的处理和保存,否则,对柱的分离有较大影响,缩短色谱柱使用寿命。

收稿日期:2003-10-21