

高效液相色谱法测定妇科止带片中盐酸小檗碱的含量

罗琳¹, 潘成学², 孙志勇³ (1. 河南省胸科医院药剂科, 河南 郑州 450003; 2. 郑州大学药学院, 河南 郑州 450052; 3. 郑州大学第一附属医院药剂科, 河南 郑州 450052)

摘要:目的 建立妇科止带片中盐酸小檗碱含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法, 使用 C₁₈ 柱, 流动相为 0.067 mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-十二烷基磺酸钠溶液 (300:270:3.3), 紫外检测波长 266 nm。结果 盐酸小檗碱线性范围 0.254 ~ 1.270 μg (r = 0.9995), 平均回收率 97.09 % (RSD = 1.23 %, n = 6)。结论 所建立的方法稳定可靠灵敏、准确、简便, 可用于该制剂的质量控制。

关键词 妇科止带片; 盐酸小檗碱; HPLC
中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2005)07-0634-02

Determination of the content of berberine hydrochloride in Fukezhidai tablet by HPLC

LUO Lin¹, PAN Cheng-xue², SUN Zhi-yong³ (1. Department of pharmacy, Henan chest hospital, Zhengzhou, 450003; 2. School of pharmacy, Zhengzhou university, Zhengzhou, 450052; 3. Department of pharmacy, the first affiliated hospital of Zhengzhou university, Zhengzhou, 450052)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a RP-HPLC method for determination the content of berberine hydrochloride in Fukezhidai tablet. **METHODS** The content of Fukezhidai tablet was determined by HPLC. The analysis was carried on C₁₈ column, the mobile phase was consisted of 0.067 mol/L potassium dihydrogen phosphate-acetonitrile- natrium sulfonic twelve alky (300mL: 270mL: 3.3 g) with the flow rate at 1.0mL • min⁻¹ and the UV detection wavelength was at 266 nm. **RESULTS** The linear regression for Fukezhidai tablet was over the range of 0.254 ~ 1.270 μg (r = 0.9995). The average recovery rate of Fukezhidai tablet was 97.09 % (RSD = 1.23%, n = 5). **CONCLUSION** This method was sensitive, accurate, reproducible and exclusive. It can be used for quality control of Fukezhidai tablet.

KEY WORDS: Fukezhidai tablet; berberine hydrochloride; HPLC

妇科止带片是由椿皮 363g、五味子 64g、黄柏 363g、阿胶 120g、山药 363g、龟板 242g 和茯苓 363g 等七味药组成的复方制剂, 能清热燥湿, 收敛止带。用于慢性宫颈炎, 子宫内膜炎, 阴道粘膜炎等引起的湿热型赤白带症。本品为部颁药品标准中药成方制剂第一册收载品种。原制剂质量标准只有显微鉴别。为保证药品质量, 选择方中黄柏中所含的有效成分盐酸小檗碱为含量测定对象, 采用高效液相色谱法, 对盐酸小檗碱进行质量控制。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 高效液相色谱仪 (日本岛津 CLASS-VP 10AVP), UV200 II 紫外可见波长检测器, ODS C₁₈ 色谱柱, Echrom98 色谱工作站。

1.2 试剂 盐酸小檗碱对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 713-8702); 妇科止带片 (河南省仲景保健药业有限公司); 乙腈为色谱纯; 水为重蒸水, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 C₁₈ 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为: 0.067mol/L 磷酸二氢钾-乙腈-十二烷基磺酸钠溶液 (300 mL: 270 mL: 3.3 g); 柱温 40 °C, 检测波长 266 nm; 进样量 5 μL。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 2000。

2.2 供试品溶液的制备 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精

密称取适量 (约相当于 1 片的重量), 置锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 密塞, 称定重量, 水浴上加热回流 30 min, 取出放冷, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 即得。

2.3 对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 125 μg 的溶液, 即得。

2.4 阴性溶液的制备 取除黄柏以外的其余处方量药材, 按制备工艺方法制备缺黄柏的阴性样品, 按“2.2.1”项下方法制成缺黄柏的阴性溶液。

2.5 线性关系考察 精密称取盐酸小檗碱对照品, 分别制成浓度为 50.8 μg/mL、101.6 μg/mL、152.4 μg/mL、203.2 μg/mL、254.0 μg/mL 的对照溶液, 按 2.1 色谱条件, 测定盐酸小檗碱峰面积积分值, 以峰面积积分值 (Y) 为纵坐标, 盐酸小檗碱的进样量 (X) 为横坐标绘制标准曲线, 计算回归方程, Y = 0.1569774X - 3.013904, r = 0.9995, 表明盐酸小檗碱在 0.254 ~ 1.270 μg 之间呈良好的线性关系。

2.6 稳定性试验 精密吸取对照品溶液 5 μL, 注入液相色谱仪, 按 0.2、4、6、8 h 各测定一次小檗碱峰面积, 结果 RSD = 2.36% (n = 5)。

2.7 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 5 μL, 重复进样 5 次, 测定其峰面积积分值, 结果 RSD = 1.41%。

2.8 重现性试验 取批号为 040112 的样品, 按供试品溶液

制备方法制备 5 份供试液,分别测定盐酸小檗碱含量,结果 $RSD = 0.66\% (n = 5)$ 。

2.9 回收率试验 取批号为 040112 的样品(盐酸小檗碱含量 $3.341\text{mg} \cdot \text{片}^{-1}$)20 片,精密称定,研细,取 0.3 g,精密称定,共取 6 份,分别精密加入盐酸小檗碱对照适量,按供试品溶液制备方法,制备供试品溶液,测定盐酸小檗碱峰面积,计算回收率,结果平均回收率为 97.09%, $RSD = 1.23\% (n = 6)$ 。

2.10 样品测定 按照供试品溶液制备方法对 10 批中试产品进行测定,结果样品含量在 $3.33\text{mg}/\text{片} \sim 3.49\text{mg}/\text{片}$ 之间。

3 讨论

3.1 实验中曾参考文献所用流动相^[2~4],但由于复方中其它成分的干扰,分离度都达不到要求,经反复试验,采用本实验中的流动相。测定结果表明,本法具有回收率好,精密度、重现性好,样品处理较简便,分析快速的优点。

3.2 测得本品十批含量平均值为 $3.36\text{mg}/\text{片}$,含量批间变化稳定,故可暂定本品每片含黄柏以盐酸小檗碱计,不得少于 2.86g。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部国家药典委员会·部颁药品标准·中药成方制剂·第一册. 1989,79.
- [2] 李洁,彭国克,马彦,等.清消泡腾片中黄芩苷和盐酸小檗碱的含量[J]. 疾病控制杂志, 2002,6(4):349-350.
- [3] 陈发奎.常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京:人民卫生出版社,1997,639-643.
- [4] 简淑娟,翁雪萍. HPLC 法测定黄柏胶囊中盐酸小檗碱含量[J]. 中国药事,2002,(16)10:632.

收稿日期:2005-02-18