

高效液相色谱法测定郁金银屑片中盐酸小檗碱的含量

张海军¹, 吴爱英² (1. 青岛市食品药品监督管理局黄岛区分局, 山东 青岛 266555; 2. 青岛药品检验所, 山东 青岛 266071)

摘要:目的 测定郁金银屑片中盐酸小檗碱的含量。方法 HPLC, 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (250 mm × 4.6 mm); 流动相: 乙腈-0.1%磷酸溶液 (50:50) (每 100 mL 加十二烷基磺酸钠 0.1 g); 检测波长: 265 nm; 流量: 1 mL · min⁻¹; 进样量: 10 μL。结果 盐酸小檗碱在 0.0256 ~ 0.179 μg 之间与峰面积呈良好的线性关系, 相关系数 $r=1$, 回收率为 99.76%, RSD = 0.80%。结论 该法灵敏、简便、准确, 可作为本品的定量分析方法。

关键词: 郁金银屑片; 高效液相; 盐酸小檗碱

中图分类号: R917.780.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2007)02-0144-02

HPLC Determination of Berberine Hydrochloride Content in Yujinyinxie Pill

ZHANG Hai-jun, WU Ai-ying (1. Qingdao Food and Drug Administration Huangdao Branch, Qingdao 266555, China; 2. Qingdao Institute for Drug Control, Qingdao 266071, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the berberine hydrochloride content in Yujinyinxie Pill. **METHODS** The HPLC C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm). **RESULTS** The linearity was obtained over the range of 0.0256 ~ 0.179 μg ($r=1$). The average recovery was 98.59%, with RSD = 0.80%. **CONCLUSION** This method is sensitive, simple, specific and accurate for the control of Yujinyinxie Pill.

KEY WORDS: Yujinyinxie Pill; HPLC; Berberine hydrochloride

郁金银屑片是由黄柏、大黄、红花、香附、当归、莪术等十九味中药组成的复方制剂, 具有疏通气血、软坚消结、清热解毒、燥湿杀虫之功用, 用于银屑病 (牛皮癣)。原收载于部颁标准第十七册, 无质量控制方法。本实验采用高效液相色谱法对黄柏中盐酸小檗碱进行含量测定, 作为检测和控制该制剂的含量指标, 为该制剂的质量控制提供了有效、可行的方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: 日本岛津 LC-2010A 及 Class-VP 色谱工作站; 甲醇为色谱纯; 其他试剂为分析纯; 盐酸小檗碱对照品由中国药品生物制品检定所提供 (批号 110713-200208); 郁金银屑片 (山东三九药业生产)。

2 方法与研究

2.1 供试品溶液的制备

取本品 10 片, 除去糖衣, 精密称定, 研细, 取约 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入流动相 25 mL, 密塞, 称定重量, 超声提取 40 min, 放冷, 用流动相补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 用微孔滤膜 (0.45 μm) 滤过, 即得。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取盐酸小檗碱对照品约 10 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相适量, 超声处理 10 min, 加流动相至刻度, 精密量取 2 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加流动相至刻度, 摇匀, 即得 (每 mL 中含盐酸小檗碱 8 μg)。

2.3 阴性对照试验

按处方比例及工艺删缺黄柏的郁金银屑片, 按供试品溶

液的制备方法, 制备阴性对照液。

2.4 色谱条件

色谱柱: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (250 mm × 4.6 mm, 岛津); 流动相: 乙腈-0.1%磷酸溶液 (50:50) (每 100 mL 加十二烷基磺酸钠 0.1 g); 检测波长: 265 nm; 流量: 1 mL · min⁻¹; 进样量: 10 μL。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 5 000。

2.5 线性关系的考察

精密称取盐酸小檗碱对照品 10.68 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相适量, 超声处理 10 min, 加流动相至刻度, 精密量取 2 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加流动相至刻度, 摇匀, 即得 (每 mL 中含盐酸小檗碱 8.5 μg)。按上述色谱条件, 各进样 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21 μL, 测定峰面积积分值, 以峰面积积分值为纵坐标, 盐酸小檗碱进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程, $Y = 4480.9x - 2361.5$, $r=1$ ($n=7$), 结果盐酸小檗碱在 0.0256 ~ 0.179 μg 呈良好的线性关系。

2.6 稳定性试验

精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液, 每隔一定时间进样一次, 测得盐酸小檗碱峰面积值, RSD = 0.01%。结果表明, 盐酸小檗碱的流动相溶液 2 d 内稳定。

2.7 重复性试验

取供试品 (批号: 20041215), 精密称取五份, 依法操作, 测定盐酸小檗碱含量, RSD = 0.07%。

2.8 回收率试验

采用加样回收法, 精密称取已知含量的郁金银屑片 (批

号:20041215)适量,分别精密加入一定量的盐酸小檗碱对照品,按上述条件测定,计算回收率,结果见表1。

表1 回收率试验结果

Tab 1 Result of recovery test

取样量 /g	样品中盐酸小檗碱的含量 /mg	加入盐酸小檗碱的量 /mg	测定结果 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%
0.6283	0.11333	0.03898	0.15193	99.02	
0.6276	0.10122	0.03898	0.13972	98.76	
0.6219	0.10030	0.03898	0.13917	99.71	98.59
0.5008	0.08077	0.05847	0.13897	99.58	
0.5012	0.08083	0.05847	0.13825	98.20	0.80
0.5037	0.08123	0.05847	0.13812	97.29	
0.4127	0.06656	0.07796	0.14278	97.76	
0.3982	0.06422	0.07796	0.14101	98.49	
0.4099	0.06610	0.07796	0.14295	98.49	

2.9 样品的含量测定

按正文拟定的含量测定方法,对十批样品进行含量测定,结果见表2。

3 讨论

3.1 含量测定实验基本采用了中国药典2005年版一部的的方法,考察发现用流动相超声提取时间对测定结果有影响,选择流动相超声40 min,测定结果和回收率均满意。

3.2 原药材(黄柏)中盐酸小檗碱的含量测定也符合规定,

在本实验未列出。

3.3 根据含量测定结果,暂定本品含盐酸小檗碱每片不少于0.05 mg。

3.4 流动相为参考中国药典。

表2 样品含量测定结果

Tab 2 The sample of content determine

序号	批号	盐酸小檗碱含量 (mg/片)
1	20040909	0.0681
2	20040807	0.0695
3	20040711	0.0684
4	20041003	0.0679
5	20040808	0.0682
6	20041116	0.0679
7	20041202	0.0681
8	20041209	0.0678
9	20041210	0.0699
10	20041109	0.0692

参考文献

- [1] Ch. P(2005) Vol I (中国药典 2005年版.一部) [S].
- [2] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京: 中国医药科技出版社, 1994, 226, 260, 276.

收稿日期: 2006-01-04