

HPLC 测定两面针药材中氯化两面针碱的含量

陈秋虹 (广西分析测试中心, 南宁 530022)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法测定药材中氯化两面针碱含量的方法。方法 采用色谱柱为 Symmetryshielly™ RP18 柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.04 mol·L⁻¹ 醋酸钠溶液 (用醋酸调节 pH 为 6.5), 检测波长为 270 nm。结果 氯化两面针在 0.25~5.0 μg 内线性关系良好。平均回收率为 99.6%, RSD 为 1.49%。结论 该方法简单准确, 重复性好, 可用于两面针药材的质量控制。

关键词: 两面针;氯化两面针碱;高效液相色谱法

中图分类号: R917.101;R917.78

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693 (2009) 05-0406-03

Determination of Nitidine Chloride in *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC. by HPLC

CHEN Qiuhong (Guangxi Center for Analysis and Test Research, Nanning 530022, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the determination of nitidine chloride in *Zanthoxylum nitidum*

作者简介: 陈秋虹, 女, 工程师

Tel: (0771)5318151

E-mail: lxw721110@163.com

(Roxb.) DC. **METHODS** The method contained a SymmetryshielTM RP18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm) as column, with acetonitrile-0.04 mol · L⁻¹ NaAc (adjust pH to 6.5 with HAc) as mobile phase, UV detection wavelength at 270nm. **RESULTS** The calibration curve of nitidine chloride was linear between 0.25-5.0 μg. The average recovery was 99.6%, RSD=1.49%. **CONCLUSION** This method was proved to be simple, rapid, accurate and can be used for the quality control of *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC.

KEY WORDS: *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC; nitidine chloride; HPLC

两面针为芸香科植物两面针 *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC. 的干燥根，分布于广东、广西、福建、湖南、云南、台湾。为我国南方地区常用中药，收载于中国药典1995年版，具有行气止痛、活血散瘀、通络祛风之功效，用于跌打损伤，风湿痹痛，胃痛、牙痛，毒蛇咬伤。外用治汤火烫伤。目前药典采用薄层扫描法测定其中氯化两面针碱的含量。本试验用高效液相色谱法测定了两面针中氯化两面针碱的含量，方法简便、准确、重复性好。

1 仪器与试剂

Waters ALLIANCE 2695 高效液相色谱系统 Empower 色谱工作站，Waters 2996 紫外检测器。

氯化两面针碱标准对照品（中国药品生物制品检定所，批号：110804-200502，纯度100%），乙腈（色谱纯），甲醇（分析纯），醋酸钠（分析纯），冰醋酸（分析纯）。两面针（南宁市医药公司）。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱：SymmetryshielTM RP18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm) 色谱柱；流动相：乙腈-0.04 mol · L⁻¹ 醋酸钠溶液 pH 6.5 (30 : 70)；流速：1.0 mL · min⁻¹；柱温：25 °C。检测波长：270 nm。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取氯化两面针碱对照品12.5 mg，用甲醇溶解，定容于25 mL棕色量瓶中，制得浓度为0.5 mg · mL⁻¹ 的标准储备液。

2.3 供试品溶液的制备

取本品粉末(过3号筛)约1 g，精密称定，置索氏提取器中，加甲醇100 mL 加热提取至无色，减压蒸去甲醇，残渣用甲醇溶解定容至10 mL 棕色量瓶中，摇匀，滤过，续滤液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过，取续滤液作为供试品溶液。

2.4 线性试验

精密吸取氯化两面针碱储备液 (0.5 mg · mL⁻¹) 0.25、0.5、1.0、3.0、4.0、5.0 mL至5 mL量瓶中，用甲醇稀释至刻度，混匀，取10 μL进样测定。以对照品进样量为横坐标，峰面积为纵坐标，将所得数

据绘成标准曲线，氯化两面针碱线性方程为：Y=4 939 X-70.2，r=0.999 7，线性范围0.25~5.0 μg。

2.5 灵敏度试验

取氯化两面针碱对照品溶液，倍比稀释后进样检测。测得最低检测限为0.02 μg (S/N>3)。

2.6 仪器精密密度

精密吸取氯化两面针碱对照品溶液10 μL，重复进样5次，测定峰面积，RSD=0.66%，表明仪器精密密度良好。

2.7 稳定性试验

取同一份供试品溶液在0，1，2，4，8，12 h 分别测定，计算氯化两面针碱的峰面积 RSD 为1.47%，表明供试品溶液在12 h 内稳定。

2.8 重复性试验

同一批药材样品取样5份，按“2.3”项下方法操作，依法测定，计算氯化两面针碱的含量，RSD 为1.75%，表明方法重复性良好。

2.9 回收率试验

精密称取半量已知含量的样品5份，精密加入氯化两面针碱对照品，按“2.3”项下方法操作测定，计算回收率，结果见表1，表明方法回收率较好。

表1 回收率实验 (n=5)

Tab 1 The recovery test of nitidine chloride (n=5)					
样品含量 /mg	加入量 /mg	实测值 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1.35	1.00	2.34	99.6		
1.35	1.00	2.30	97.9		
1.35	1.00	2.34	99.6	99.6	1.49
1.35	1.00	2.39	102		
1.35	1.00	2.33	99.1		

2.10 样品测定

分别测定5批样品，取3次测定的平均值，结果见表2。

表2 样品含量测定结果 (n=3)

Tab 2 The result of sample determination (n=3)	
批次	氯化两面针碱含量 /%
1	0.25
2	0.20
3	0.24
4	0.21
5	0.27

3 讨论

3.1 通过对色谱条件的多次筛选, 确定选用 SymmetryshielTM RP18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm) 作为色谱柱; 为了克服氯化两面针碱色谱峰拖尾, 在流动相中加入离子抑制剂醋酸钠, 并调节pH偏酸性,

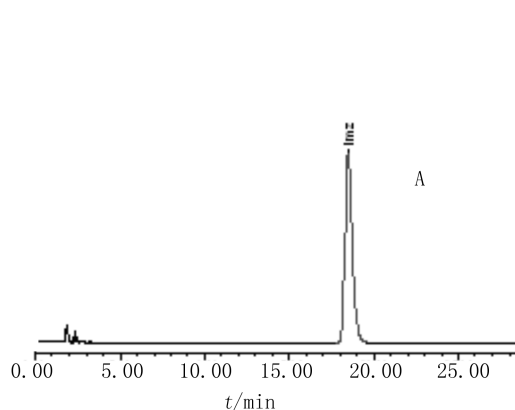


图1 氯化两面针碱色谱图

A-对照;B-样品

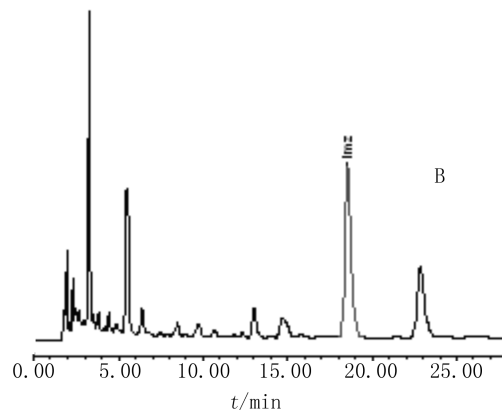
Fig 1 The chromatograms of nitidine chloride

A-control;B-sample

3.2 检测波长的选择: 以二极管阵列检测器进行测定, 样品中氯化两面针碱色谱峰的光谱吸收曲线与标准光谱吸收曲线一致, 可判定为氯化两面针碱。在 270 nm 时吸收值最大, 所以选择 270 nm 为检测波长。

3.3 样品测定结果与薄层扫描法^[1]结果相比较, 结果较吻合。由于薄层色谱法存在分离性、重复性差,

避免了碱性化合物在酸性硅醇基上的化学吸附问题。本实验选用乙腈-0.04 mol·L⁻¹醋酸钠溶液pH 6.5 (30:70) 作为流动相经证明是成功的。较之其他的溶液系统磷酸盐-乙腈, 乙腈-三乙胺等, 达到更好的分离效果, 且能明显改善色谱峰拖尾现象, 见图1。



展开剂毒性大等缺点, 可用本试验方法来替代。

REFERENCES

[1] Ch.P(2005)Vol I (中国药典 2005 年.一部)[S].2005: 116-117.

收稿日期: 2008-04-14