

HPLC 法测定胃炎平颗粒剂中盐酸小檗碱的含量

宋霄宏¹, 咎日增²

(1. 浙江中医学院, 杭州 310053; 2. 武警浙江省总队杭州医院, 杭州 310051)

摘要: 目的探讨胃炎平颗粒剂中盐酸小檗碱的含量测定方法。方法: 采用 HPLC 法, 选用 CLC-ODS 柱, 以乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钾(用 10% 氢氧化钾调节 pH 至 5.0) (30: 70) 为流动相, 检测波长 349nm。结果: 回归方程为 $A = 41225682.72C - 34463.27$; $r = 0.9999$, 线性范围为 5~ 30 μ g/ml; 平均回收率为 101.03%, RSD 为 1.0% ($n = 6$)。结论本方法简便、快速、灵敏度高, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: HPLC 法; 胃炎平颗粒剂; 盐酸小檗碱; 含量测定

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)01-0014-03

胃炎平颗粒剂由黄连、枳壳、元胡、蒲公英数味

中药材组成, 具有健脾调肝, 泻热和中之功, 临床上主要用于治疗慢性浅表性胃炎和慢性萎缩性胃炎。根据现代药理学研究, 方中起重要作用的黄连对消

收稿日期: 2002-05-08

化系统显示了较强的抗菌和杀幽门螺旋杆菌(HP)的作用,故选择黄连中的小檗碱作为本制剂含量测定控制的指标。

1 仪器与试药

岛津 LC-10A HPLC 仪, LC-10AD 泵, SPD-10A 检测器, CR-7A 积分仪; 盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号 713-9404); 样品由浙江中医学院提供。

2 方法与结果

2.1 色谱分离条件 Shim-pack CLC-ODS 柱(6mm × 150mm), 流动相为乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用 10% 氢氧化钾溶液调 pH 至 5.0) (30: 70)^[1] 流速 1ml/min; 检测波长为 349nm; 柱温为室温; 理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 2000。

2.2 供试品溶液与对照品溶液制备 供试品溶液: 取样品 5 包, 将内容物研细, 精密称取约 0.2g, 置 50ml 量瓶中, 加入盐酸-甲醇(1: 100) 30ml, 超声处理 15min, 放冷, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀、过滤、弃去初滤液, 取续滤液作为供试品溶液。

对照品溶液制备: 精密称取以五氧化二磷作为干燥剂, 在 60℃ 减压干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品适量, 加甲醇溶解成每 1ml 中含 10μg 的溶液, 摇匀, 即得。

2.3 阴对照溶液的制备 按处方比例配成缺黄连的胃炎平颗粒剂, 然后按供试品溶液的制备方法, 制备阴性对照溶液, 用 HPLC 法测定, 结果在盐酸小檗碱的保留时间处无干扰, 表明本方法的测定无其它成分干扰。

2.4 线性关系考察 精密称取经五氧化二磷减压干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品适量, 加甲醇溶液制成 0.1086mg/ml 的对照品溶液。并用甲醇稀释配制一系列浓度, 进样 10μl, 以对照品进样量(μg) 为横坐标, 峰面积值为纵坐标, 进样量分别为 5.43μg、10.86μg、16.29μg、21.72μg、27.15μg、32.58μg 对应峰的积分分别为 193081、403832、639235、867327、1084900、1305810, 对数据作回归分析得回归方程: $A = 41225682.72C - 34463.27$; $r = 0.9999$; 线性范围 5~30μg/ml。

2.5 精密度试验 取对照品溶液浓度 0.01086mg/ml, 进样 10μl 连续进样 5 次, 测得峰面积值分别为 413681, 420016, 416843, 418518, 414060, $\bar{X}$ 为 416623.6, RSD 为 0.7% ($n = 5$)。

2.6 稳定性试验 取对照品溶液浓度 0.01086mg/

ml, 进样 10μl, 每隔一日测定一次, 连续 5 次, 测得峰面积 $\bar{X}$ 为 413058, RSD 为 0.8% ($n = 4$)。

2.7 重现性试验 取同一批号样品 6 份, 按供试品溶液制备方法提取、测定, 测得盐酸小檗碱的含量(mg/g) 分别为 3.783, 3.786, 3.767, 3.763, 3.685, 3.690, $\bar{X}$ 为 3.764mg/g, RSD 为 1.23% ($n = 6$)。

2.8 加样回收率试验 精密称取已测知含量的胃炎平颗粒剂适量, 精密加适量的盐酸小檗碱对照品, 按供试品溶液制备项下的方法提取、测定, 根据样品含量, 标准品加入量及实测量计算回收率, 结果见表 1。

表 1 加样回收率试验

编号	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.3833	0.3258	0.7161	102.15	101.03	1.0
2	0.3960	0.3258	0.7249	100.95		
3	0.3902	0.3258	0.7198	101.17		
4	0.3957	0.3258	0.7270	101.69		
5	0.3753	0.3258	0.6988	99.30		
6	0.3687	0.3258	0.6975	100.92		

2.9 含量测定 取不同批号样品各 5 包, 研细, 按供试品溶液制备方法制备。分别精密吸取供试品溶液和对照品液各 10μl 注入色谱仪中测定峰面积, 并计算含量, 分别为 12.58、12.60、12.46(mg/包), $n = 3$ 。

表 2 样品中盐酸小檗碱的含量($n = 3$)

批号	含量(mg/包)
970212	12.58
970213	12.60
970214	12.46

3 讨论

有关小檗碱含量测定方法较多^[2~4], 考虑本制剂由多味药材组成, 存在诸多成分对小檗碱测定的干扰, 故选择 HPLC 法测定其中小檗碱含量。结果表明, 方法可行、且能很好地控制本制剂的质量。

取盐酸小檗碱对照的溶液于岛津 UV-260 紫外可见分光光度计, 在波长 200~400nm 波长范围内扫描, 其最大吸收波长为 349nm, 故本实验测定波长选择 349 ± 1nm。

流动相曾以(1) 0.02mol/L 磷酸-乙腈(68:32)^[4];
(2) 0.02mol/L 磷酸(用三乙胺调 pH 至 3.0)-乙腈(70:
30) 等系统进行试验,均不及上述正文流动相配比,
(1) 流动相色谱峰拖尾现象严重;(2) 流动相小檗碱
型生物碱之间分离不理想,结果表明本文所选择的
流动相分离效果好。

参考文献:

[1] 王宝葵. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京: 中

国医药科技出版社, 1994. 394.

[2] 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 人民卫生出版
社, 1990: 1995: 273; 276.

[3] 邱晓星. 胶束色谱分析黄连及含黄连中成药中小檗碱
型生物碱的研究[J]. 药学学报, 1986, 21(6): 458.

[4] 周元瑶, 伍朝葵, 陈柏林, 等. 用反相高效液体色谱法考
察盐酸黄连素的质量[J]. 药物分析杂志, 1984: (3) 131.