

## HPLC法测定蒙药那如-8中胡椒碱的含量

贾福群<sup>1</sup>,白 炜<sup>2\*</sup>

(1. 内蒙古医学院第一附属医院,内蒙古 呼和浩特 010050; 2. 内蒙古药品检验所,内蒙古 呼和浩特 012000)

蒙药那如-8为常用的蒙成药,是由诃子、草乌、芫荽等 8味药组成的复方制剂,具祛寒、消“粘”等功效,临床用于胃寒食积、消化不良、肾虚、肾寒、腰腿酸痛等。方中芫荽具有温中散寒、下气止痛等作用。本实验采用 HPLC法测定方中主药芫荽的主要成分胡椒碱的含量,具有操作简便、分析快速、灵敏度高、准确性好等优点。

## 1 试药与仪器

那如-8由库伦蒙药厂提供;无水乙醇、甲醇均为分析纯,水为高纯水;胡椒碱对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号 0775-9702)。

Beckman 332型液相色谱仪,110型双泵和高压动态溶剂混合器,163型可变紫外检测器,JC-3型超声处理仪(通化市超声设备厂)。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: Ultrasperetm ODS色谱柱(250 mm× 4.6 mm);流动相: 甲醇-水(72: 28);流速: 1.1 mL/min;检测波长: 343 nm;柱温: 28℃。

2.2 标准曲线的制备: 精密称取胡椒碱对照品 18.9 mg于 25 mL量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 2.0 mL于 25 mL量瓶中,加入无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。分别精密量取对照品溶液 1, 3, 5, 7, 9 $\mu$ L进样。以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标进行线性回归,回归方程为  $A=122457.1C-493.6$ ,  $r=0.9999$ 。结果表明对照品在 0.006~0.54 $\mu$ g与峰面积呈良好的线性关系。

2.3 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 5 $\mu$ L,重复进样 6次,胡椒碱峰面积 RSD值为 1.03%。

2.4 稳定性试验: 精密吸取对照品溶液 5 $\mu$ L,每隔 1 h进样 1次,结果 4 h内峰面积基本保持不变。胡椒碱峰面积的 RSD为 0.89% ( $n=5$ )。

2.5 加样回收试验: 精密称取样约 0.8 g于 50 mL量瓶中,共取 5份,分别加入对照品溶液 2.0 mL,加无水乙醇 20 mL,超声处理 10 min,放冷,再加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液进样。

读取峰面积,以外标法计算,结果平均回收率为 98.29%, RSD为 1.69% ( $n=5$ )。

2.6 样品测定: 取本品粉末 1.2 g,精密称定,置 50 mL量瓶中,加无水乙醇适量,超声 10 min,冷却至室温,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,微孔滤膜滤过,取续滤液进样,色谱图见图 1,按外标法计算胡椒碱含量,结果见表 1。

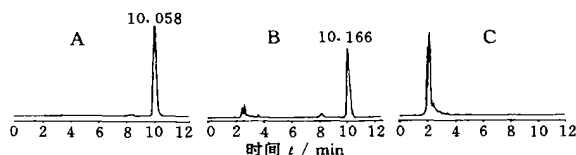


图 1 胡椒碱对照品(A)、那如-8样品(B)和空白对照(C)的 HPLC图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of piperine reference substance (A), Naru-8 sample (B) and blank (C)

表 1 那如-8中胡椒碱含量测定结果 ( $n=5$ )

Table 1 Results of piperine in Naru-8 ( $n=5$ )

| 批 号    | 胡椒碱 / ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ) | RSD / % |
|--------|-------------------------------------------|---------|
| 950110 | 3.25                                      | 1.61    |
| 960201 | 3.65                                      | 1.35    |
| 950322 | 3.53                                      | 1.98    |

## 3 讨论

本品为多组份复方制剂,加入内标对二甲氨基苯甲醛<sup>[2]</sup>,受杂质峰干扰,故直接采用外标法计算。曾比较超声时间对样品含量的影响,试验证明超声 10 min处理,可充分溶出被测成分,且较振摇省时省力。

文献报道胡椒碱含量测定方法有薄层色谱、紫外分光法<sup>[1]</sup>和薄层扫描法<sup>[2]</sup>。本方法具有简便、快速、重现性好等优点,可作为多组份制剂中胡椒碱含量测定的一种常规检验方法。

## References

- [1] Li H S, Ja Z C, Zhang Z M, et al. Determination of piperine in *Piper longum* by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1986, 6(6): 346.
- [2] Wang B Q. *The Research of Quality Standard and Standard Material of Chinese Traditional Patent Medicine* (中成药质量标准与标准物质研究) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Sciences & Technology Publishing House, 1994.