

HPLC 法测定两面针中氯化两面针碱的含量

第一军医大学珠江医院(广州 510282) 张守尧* 王桂芳 邹恒琴

摘要 建立了两面针中氯化两面针碱的 HPLC 测定法,方法简便、准确。加样回收率为 97.7%, RSD=0.82%,最低检测浓度 0.8 $\mu\text{g/mL}$,可用于两面针的质量控制。

关键词 HPLC 两面针 氯化两面针碱

两面针系芸香科花椒属植物两面针 *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC. 的干燥根,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、牙痛、胃痛、毒蛇咬伤,外用治汤、火烫伤。药典采用薄层扫描法测定其中氯化两面针碱的含量^[1],文献有用 TLC-UV 法测定的报道^[2],未见有用 HPLC 法研究的报道。我们用 HPLC 法测定了两面针中氯化两面针碱的含量,方法简便、灵敏、准确、重现性好。

1 仪器和试剂

LC-6A HPLC 色谱仪(日本岛津公司), C-R4A 数据处理仪(岛津公司),SPD-6AV 可变波长紫外检测器(岛津公司),CQF-1-6 超声波清洗器(上海船舶电子研究所)。

氯化两面针碱由日本千叶大学石川 勉教授提供,两面针对照药材由中国药品生物制品检定所提供。试剂均为色谱纯和分析纯。

2 实验方法和结果

2.1 色谱条件:色谱柱为 HYPERSIL BDS C_{18} 5 μm (4.6 mm $\times$ 250 mm),流动相为 0.02 mol/L 的磷酸二氢钾-乙腈(70:30),流速 1 mL/min,纸速为 2 mm/min,检测波长为 328 nm。外标法定量,在此色谱条件下对照品和样品的色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取氯化两面针碱对照品 10.24 mg,置 250 mL 容量瓶中,加甲醇溶解定容至刻度,摇匀,为对照品溶液。

2.3 标准曲线:精密量取对照品溶液 3.00、2.00、1.00、0.50、0.25 mL 分别置 10 mL 量瓶中,以甲醇稀释至刻度,摇匀,取 10 μL 进样测定,每个浓度进样 3 次,以平均峰面积为纵坐标,对应的浓度为横坐标作线性回归,得直线方程为 $Y = -11\,185.43 + 14\,723.06C$, $r = 0.9996$,氯化两面针碱在 1.024 $\mu\text{g/mL}$ ~ 12.288 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好,最低检测下限为 0.8 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.4 精密度试验:取 8.192 $\mu\text{g/mL}$ 和 2.048 $\mu\text{g/mL}$ 的样品日内日间进样测定,得日内偏差($n=4$)分别为 3.27%和 3.62%,日间偏差($n=5$)分别为 4.79%和 3.48%。

2.5 样品测定:取两面针细粉约 0.1 g,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加甲醇适量,于 60



A-对照 B-样品 1-氯化两面针碱 2-未知峰

图 1 样品色谱图

* Address: Zhang Shouyao, Zhujiang Hospital, First Military Medical University, Guangzhou
张守尧 男,1986年毕业于第二军医大学药理学系。现任第一军医大学附属珠江医院主管药师、讲师,中国药学会及中国药理学会会员。主要从事医院药学的教学、科研工作,尤侧重于药物分析方面的研究,先后在《药学报》等期刊发表研究论文 10 余篇,获军队科技进步三、四等奖各 1 项,目前致力于中草药与中成药的质量研究。

C 水浴中浸取 30 min,然后超声提取 1 h,放至室温,甲醇定容至刻度,摇匀,0.45 μm 滤膜滤过,取滤液 10 μL 直接进样测定,由回归方程计算浓度,求得两面针中氯化两面针碱的含量为 0.16%。

2.6 加样回收率:精密称取已知含量的两面针粉末,置 25 mL 量瓶中,准确加入一定量的氯化两面针碱,依法提取测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果($n=3$)

加入 ($\mu\text{g/mL}$)	测得 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 (%)	平均 RSD (%)
9.3895	9.0882	96.7	97.7 0.82
7.3415	7.2193	98.3	
5.2935	5.1838	97.9	

3 讨论

Determination of Nitidine Chloride in Shinyleaf Pricklyash(*Zanthoxylum nitidum*)

Zhang Shouyao, Wang Guifang, Zou Hengqin (Zhujiang Hospital, The First Military Medical University, Guangzhou 510282)

Abstract We have established a HPLC method for the determination of nitidine chloride in *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.)DC.. The method was simple and accurate. The average recovery was 97.7% and RSD was 0.82%. The method can be used for the quality control of *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.)DC..

Key words HPLC nitidine chloride *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.)DC.

3.1 两面针在下列提取条件下测得的氯化两面针碱含量分别为:超声 30 min 0.12%, 超声 60 min 0.14%, 浸泡过夜后超声 30 min 0.15%, 60 $^{\circ}\text{C}$ 热浸 30 min 超声 60 min 0.16%, 索氏提取器提至无色 0.16%。由此,选择超声波热提作为样品处理方法。

3.2 由于缺少对照品,未知峰有待进一步研究。试验测得的两面针中氯化两面针碱的含量与药典规定的含量(不少于 0.25%)相差较大,原因有待进一步研究。

参考文献

1 中华人民共和国药典,1995 年版一部. 广州:广东科技出版社,1995:144
2 赖茂祥,等. 中草药,1992;17(9):554

(1997-07-21 收稿)

黄连提取工艺的研究

华西医科大学制药厂(成都 610041) 龚涛* 孙冰 欧阳雪梅 李成蓉 李晖

摘要 根据黄连中主要有效成分生物碱易溶于热水的性质,采用正交设计筛选出黄连水提取的最佳工艺条件,并分别以回流提取、连续回流提取方式,比较水和 50%乙醇作溶剂的提取效果,结果显示二者基本相同。表明黄连水提取是完全可行的。

关键词 黄连 盐酸小檗碱 提取

黄连是一常用中药,具有清热燥湿,泻火解毒等功效^[1]。其主要有效成分是以盐酸小檗碱为代表的生物碱。其中药制剂一般使用一定浓度的乙醇提取^[2,3],溶剂用量大,价格较贵,且需考虑设备、安全等方面的问题。为

降低黄连提取的成本,我们根据黄连生物碱均为季铵碱,水溶性大,尤其盐酸小檗碱易溶于沸水的性质^[4],设计以水为溶剂的提取方法,并与相应醇提法进行比较,结果表明水提法是完全可行的。

* Address: Gong Tao, Pharmaceutical Factory, West China University of Medical Science, Chengdu
龚涛 男,29 岁,助理工程师。1995 年毕业于华西医科大学药学院药剂专业,获硕士学位,现在华西医科大学制药厂工作。一直从事中西药物新制剂的开发及其应用基础的研究,作为主研人员参与了“通窍鼻炎胶囊”等多种新药的研制工作。已发表论文 5 篇,其中“顺铂白蛋白微球的制备”获四川省优秀论文奖。