HPLC法测定荡涤灵(冲剂)中盐酸小檗碱含量

吉林省中医中药研究院(长春 130021)
吉林省人民医院

吕琳 朱宇明 司云珊 周继胡
张 谨

荡涤灵(冲剂)是由黄连、地黄等 13味中药组成的复方制剂,为控制产品质量,对君药黄连中主要有效成分之一盐酸小檗碱进行了含量测定

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:美国 Waters 600泵,486紫外检测器,7725手动进样器

盐酸小檗碱(中国药品生物制品检定所),乙腈、磷酸分析纯,水去离子水

荡涤灵为长春中药制药有限责任公司产品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Waters C₁₈径向加压柱(8 mm× 10 cm, 5 μm);流动相为乙腈-0.02 mol/L磷酸(40:60),流速为 1 mL/min;检测波长为 346 nm

2.2 对照品溶液的制备:配制 0.04 mg/mL的甲醇溶液

2.3 供试品溶液的制备:取本品 5 g,研碎,精密称定,置 50 mL量瓶中,加入盐酸-甲醇(1:100)至近刻度,60℃水浴上加热 15 min,超声处理 30 min,室温放置过夜,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液 5 mL,上 Al₂O₃净化柱(10 g Al₂O₃, 95% 甲醇湿法装柱,φ 1.5 cm),用 30 mL 95% 甲醇洗脱,收集洗脱液,浓缩至干,残渣加甲醇溶解,并定量转移至 2 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得

2.4 线性关系考察:精密吸取上述对照品溶液 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5, 15.0, 17.5 μL,注入液相色谱仪测定,回归方程 $Y = 1.041254.464X - 1.171.07$, $r = 0.9991$ 结果表明盐酸小檗碱在 0.1 ~ 0.7 μg 范围内,浓度与峰面积值呈良好的线性关系。

2.5 稳定性试验:取同一供试品溶液,每隔一定时间重复测定一次,共测 72 h, RSD 为 0.92%。

2.6 精密度试验:取同一供试品溶液,连续进样, RSD 为 0.61% ($n = 5$)

2.7 重现性试验:取同一样品独立测定 5次, RSD 为 3.18%。

2.8 回收率试验:于已知含量的样品中,准确加入盐酸小檗碱对照品适量,依法测定,结果回收率为 98.72%, RSD = 2.73% ($n = 5$)。

2.9 样品测定:分别精密吸取对照品溶液 5, 10 μL,供试品溶液 10 μL,注入液相色谱仪,采用外标法计算,结果见表 1

表 1 样品含量测定结果

编号	含量(mg/g)	平均含量(mg/g)
1	0.116 0.118	0.117
2	0.121 0.128	0.124
3	0.115 0.113	0.114

3 讨论

3.1 曾对样品提取方法进行了考察,结果表明盐酸-甲醇(1:100)较甲醇的提取率为高,而超声提取较索氏提取的提取率为高。

3.2 对 Al₂O₃净化柱洗脱剂用量进行考察,结果表明洗脱剂用量为 30 mL时,盐酸小檗碱已被完全洗脱下来

3.3 试验比较了流动相:乙腈-0.02 mol/L磷酸(60:40)、32%乙腈-0.02 mol/L磷酸、乙腈-0.02 mol/L磷酸(40:60),结果以后者为佳

(1999-04-23收稿)

* 吕琳 女,医学学士学位,助研,主要从事中草药化学成分研究及新药开发研究,发表学术论文 40余篇,获科研成果 10项,目前正在参与研究国家“九·五”攻关项目、“九·五”国家攀登计划预选项目(中药现代化关键问题的基础研究)

《中草药》杂志欢迎刊登广告