

## RP-HPLC法测定乌蛇止痒丸中小檗碱含量

王蔚<sup>1</sup>, 颜玉贞<sup>2</sup>

(1. 广州中药一厂, 广东 广州 510130; 2. 广州市药品检验所, 广东 广州 510160)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)05-0417-01

乌蛇止痒丸是著名中医经验方,由当归、黄柏等10余味中药组成,具有活血养血、祛风、燥湿止痒之功效,用于皮肤瘙痒、荨麻疹、妇女阴痒等效果显著。我们采用RP-HPLC法对其中的小檗碱含量测定作了研究,以提供一个准确、简便的质量控制手段。

### 1 实验部分

1.1 仪器与试剂: HPLC1100液相色谱仪(美国惠普公司);乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯;盐酸小檗碱对照品:中国药品生物制品检定所;乌蛇止痒丸:广州中药一厂提供。

1.2 色谱条件: 色谱柱: Nucleosil C<sub>18</sub> 150 mm×4.6 mm;柱温: 20℃;流动相: 0.02 mol/L磷酸溶液-乙腈(72:28);检测波长: 266 nm;流速: 1.0 mL/min

1.3 标准曲线制备: 配制 0.037 mg/mL的小檗碱甲醇液。梯度浓度进样,其回归方程为  $Y = 4804.94865X - 28.79393$ ,  $r = 0.9999$ , 盐酸小檗碱浓度在 0.1735~0.9543 μg/mL 内呈线性关系。

1.4 重现性及稳定试验: 重现性实验结果  $RSD = 1.09\%$  ( $n = 5$ ), 稳定性(1~72 h)实验结果  $RSD = 0.78\%$  ( $n = 9$ )。

1.5 回收率及精密度试验: 测得 5次平均回收率为 101.25%,  $RSD = 1.23\%$ 。

1.6 样品含量的测定: 样品溶液的制备: 取乌蛇止痒丸约 150 mg, 研碎, 精密称定, 加 10% 盐酸甲醇

回流提取 2次, 每次 80 mL, 30 min, 滤过, 合并滤液, 蒸干, 残渣用无水乙醇溶解并通过中性氧化铝柱(中性氧化铝: 100~200目, 105℃活化 1h; 4 g, 内径 2.5 cm), 用无水乙醇 200 mL 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容至 10 mL, 摇匀。

含量测定方法及结果: 精密量取样品溶液 20 μL 和对照品溶液 5 μL, 在上述色谱条件下注入高效液相色谱仪, 测得 3批样品结果为 (mg/g) 0.405, 0.370, 0.353

### 2 讨论

2.1 样品处理方法: 不同浓度盐酸甲醇实验结果, 以 10% 盐酸甲醇提取 3次, 小檗碱已提取完全。

2.2 中性氧化铝柱的处理: 因小檗碱属生物碱类, 可用中性氧化铝处理。用无水乙醇溶解并洗脱后样品色泽较好。

2.3 无水乙醇洗脱: 盐酸小檗碱在无水乙醇中几乎不溶, 但减少样品量和中性氧化铝用量(柱子内径不变), 用薄层方法验证, 结果证明在上述样品量和柱子条件下用 200 mL 无水乙醇可以洗脱完全。

2.4 色谱条件的考察: 乌蛇止痒丸的黄柏不仅含小檗碱, 也含巴马汀, 保留时间接近, 柱温低时分离度比高温时好; 流动相 0.02 mol/L 磷酸溶液-乙腈(62:38~76:24)的范围内磷酸溶液的比例增大时分离度好, 但峰宽变大, 当比例在 72:28 时分离度、峰形都较好。

收稿日期: 2000-12-13

## 《植物活性成分辞典》第一册 新书介绍

《植物活性成分辞典》是天津药物研究院在国家科技部生命中心和原国家医药管理局新药管理办公室支持下建立的《植物活性成分数据库》的基础上编纂而成。全书由中国医药科技出版社分三册陆续出版。第一册收载国内外的植物活性成分 1153个(近 200万字), 每一成分包括中文名、英文名、异名、化学名、结构式、CA登录号、物理性状、植物来源、生物活性、专利状况等 14项内容。正文后有 6个索引。

本书取材广泛, 信息及时、可靠, 内容详实, 为新药研究、中药现代化研究、植物化学研究、植物资源开发利用提供科学依据和启示, 是药学、医学、生物学、农业和经济植物等领域从事研究、开发、管理、教学、生产、信息、翻译和外贸等专业人士必备的工具书和参考书。

本书第一册已于 2001年 1月正式出版。每本 186元, 加邮费 10元, 共 196.00元/本。欲购者请与《植物活性成分数据库》周北君联系。

地址: 天津市南开区鞍山西道 308号 天津药物研究院 植物活性成分数据库  
邮编: 300193 联系电话: 022-23006825 E-mail: tjpr@tjlink.tisti.ac.cn