HPLC 测定合日呼-5 中的氧化苦参碱

邹继红[1],王洪斌[2],赵春杰[3]
(1. 赤峰学院医学院,内蒙古 赤峰 024000;2. 赤峰市传染病防治医院,内蒙古 赤峰 024000;3. 沈阳药科大学药学院,辽宁 沈阳 110016)

摘要:目的 采用 HPLC 法测定合日呼-5 中氧化苦参碱的含量。**方法** 采用 Shim-pack CLC-ODS 柱,流动相为甲醇-0.1% 三乙胺 3:8(10% 磷酸调 pH3),流速 1.0 mL·min^{-1},检测波长 210 nm。**结果** 氧化苦参碱 4.1~41 mg·L^{-1} 与峰面积呈良好的线性关系,回归方程为:$Y=36.804X+0.4436$($r=0.9999$),平均加样回收率为 99.4%,$RSD=1.4\%$($n=6$)。**结论** 所用方法简便、快速、准确,适用于合日呼-5 中氧化苦参碱的质量控制。

关键词: RP-HPLC;合日呼-5;氧化苦参碱;含量测定
中图分类号:R917 **文献标志码:**A **文章编号:**1006-0103(2012)01-0104-02

Determination of oxymatrine in Herihu-5 by RP-HPLC

ZOU Ji-hong[1], WANG Hong-bin[2], ZHAO Chun-jie[3]
(1. *Medical College of Chifeng University, Chifeng, Neimenggu, 024000 P. R China*; 2. *Chifeng Infectious Disease Hospital, Chifeng, Neimenggu, 024000 P. R China*; 3. *School of Pharmacy, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang, Liaoning, 110016 P. R China*)

Abstract: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the determination of oxymatrine in Herihu-5. **METHODS** Seperation was achieved on a Shim-pack CLC-ODS column and detected at 210 nm. The mobile phase was the mixture of methanol and 0.1% triethylamine (3:8, adjust pH3.0 with 10% phosphoric acid) at a flow rate of 1.0 mL·min^{-1}. **RESULTS** The linear range was 4.1-41 mg·L^{-1}. The linear equation was $Y=36.804X+0.4436$($r=0.9999$). The mean method recovery was 99.4% with *RSD* of 1.4% ($n=6$). **CONCLUSION** The method is simple, rapide, accurate. It is suitable for the determination of oxymatrine in Herihu-5.

Key words: RP-HPLC; Herihu-5; Oxymatrine; Content determination
CLC number: R917 **Document code:**A **Article ID:** 1006-0103(2012)01-0104-02

http://www.ixueshu.com

合日呼-5 是蒙医传统药方,出自蒙医经典著作《观者之喜》,《蒙医百科全书》中也有记载[1]。该方由苦参、栀子、诃子、川楝子和地格达五味药材组成,具有清热、凉血之功效[1],蒙医临床上主要用于关节病和皮肤病。方中主药苦参的含量测定未见文献报道,为有效控制该制剂的质量,参照有关文献[2-6],采用 RP-HPLC 法测定合日呼-5 中的氧化苦参碱。方法操作简单、省时,结果准确,精密度、重复性较好,可用于该制剂的含量测定。

1 实验部分

1.1 仪器与试药

1200 型高效液相色谱仪(美国 Agilent);UV765 紫外可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司)。氧化苦参碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:110780-200506);甲醇为色谱纯;磷酸和三乙胺均为分析纯;水为娃哈哈纯净水;蒙药合日呼-5(内蒙古民族大学附属医院蒙药制剂室);阴性对照药材(内蒙古赤峰市中蒙医院)经沈阳药科大学孙启时教授鉴定。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 采用 Shim-pack CLC-ODS 色谱柱(150 mm×6.0 mm,5 μm),柱温为室温,流动相为甲醇-0.1% 三乙胺(3:8,10% 磷酸调 pH3),流速 1.0 mL·min^{-1},检测波长 210 nm,进样量 20 μL。

1.2.2 溶液的制备 精密称取 2.05 mg 氧化苦参碱对照品,置 10 mL 量瓶中,用流动相溶解并定容,即得 205 mg·L^{-1} 的氧化苦参碱对照品贮备溶液。精密吸取贮备溶液 3.0 mL,置 25 mL 量瓶中,用流动相定容,即得 24.6 mg·L^{-1} 的对照品溶液。精密称取 0.05 g 已研细的合日呼-5 细粉,置具塞锥形瓶中,加入 0.1 mL 氨水润湿,再加入 10 mL 无水乙醇,密塞,超声处理(250 W,40 kHz)30 min,放冷后

基金项目:内蒙古自治区高校科研资助项目(编号:NJ10241)
作者简介:邹继红(1971—),女,内蒙古赤峰,硕士,副教授,从事药物分析的教学与科研工作。Email:zoujihong188@163.com

过滤，容器与滤器用 20 mL 无水乙醇分 4 次洗涤，合并滤液与洗液，置水浴上蒸干，残渣用流动相溶解，并定容至 10 mL，用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，滤液作为供试品溶液。按处方要求制备不含氧化苦参碱药材的样品，同法制成阴性样品溶液，备用。

1.2.3 *专属性试验*　取氧化苦参碱对照品溶液、供试品溶液和阴性样品溶液，按“1.2.1”项色谱条件分别进样 20 μL，测定，色谱图见图 1。由图可知：氧化苦参碱的保留时间约 4.3 min，阴性样品对氧化苦参碱的测定无干扰，氧化苦参碱与其他组分可达基线分离。

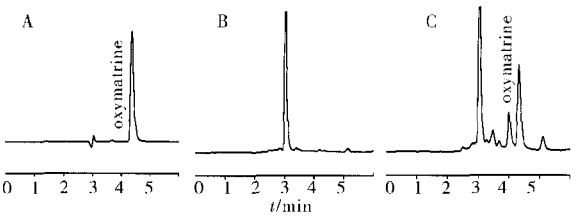

图 1　对照品（A）、阴性样品（B）、供试品（C）的高效液相色谱图

Fig 1　HPLC chromatograms of control solution (A), negative sample solution (B) and sample solution (C)

1.2.4 *线性范围的考察*　分别精密吸取氧化苦参碱对照品贮备溶液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL，置 25 mL 量瓶中，用流动相稀释定容，即得一系列氧化苦参碱对照品溶液。分别精密吸取氧化苦参碱系列对照品溶液 20 μL 进样，测定峰面积。以氧化苦参碱浓度（$mg \cdot L^{-1}$）为横坐标、峰面积为纵坐标进行线性回归，得回归方程为：$Y = 36.804X + 0.4436$（$r = 0.9999$）。氧化苦参碱 4.1 ~ 41 $mg \cdot L^{-1}$ 与峰面积具良好的线性关系。

1.2.5 *精密度试验*　取 24.6 $mg \cdot L^{-1}$ 的氧化苦参碱对照品溶液及供试品溶液各 20 μL，分别进样，重复 6 次，测定峰面积。计算得对照品及样品的 *RSD* 分别为 0.82%、1.4%，表明仪器精密度良好。

1.2.6 *稳定性及重复性试验*　精密吸取同一份供试品溶液，分别于室温下放置 0、2、4、6、8 h 时进样，测定峰面积。计算峰面积的 *RSD* = 1.9%，表明供试品溶液在 8 h 内稳定。精密称取同一批样品，按“1.2.2”项方法制备 6 份供试品溶液，按“1.2.1”项条件测定。计算得样品中氧化苦参碱的平均含量为 4.68 $mg \cdot g^{-1}$，*RSD* = 1.8%，表明方法的重复性良好。

1.2.7 *加样回收率试验*　分别精密称取 0.05 g 已知氧化苦参碱含量的同一批（4.68 $mg \cdot g^{-1}$）样品粉末 6 份，分别精密加入 1.0 mL 120 $mg \cdot L^{-1}$（另行配制）的氧化苦参碱对照品贮备溶液，按“1.2.2”项方法处理后进样 20 μL 测定。计算氧化苦参碱回收率（表 1）。

表 1　加样回收率的试验结果（mg，$n = 6$）

Table 1　Results of recovery test (mg, $n = 6$)

Original	Added	Detected	Recovery/%	$\bar{X}$/%	*RSD*/%
0.231	0.120	0.348	97.5	99.4	1.4
0.225	0.120	0.345	100.0		
0.221	0.120	0.342	100.8		
0.222	0.120	0.341	99.2		
0.224	0.120	0.345	100.8		
0.223	0.120	0.341	98.3		

1.2.8 *样品的测定*　取 3 个批号的样品，按“1.2.2”项方法处理，然后分别精密吸取 20 μL 供试品溶液和氧化苦参碱对照品溶液，进样，测定峰面积，按外标法计算氧化苦参碱的含量，计算 3 批样品的平均含量分别为 4.76、4.68、4.82 $mg \cdot g^{-1}$。

2　讨论

以紫外可见分光光度计扫描氧化苦参碱对照品溶液，其最大吸收波长为 206 nm，考虑到甲醇在此波长处的吸光度较大，故选取检测波长为 210 nm，可减少溶剂的干扰，基线较稳。尝试采用甲醇 - 乙腈 - 乙酸铵缓冲溶液、乙腈 - 无水乙醇 - 磷酸溶液、乙腈 - 磷酸二氢钾 - 十二烷基硫酸钠 - 水、磷酸 - 甲醇、乙腈 - 水作为流动相[2-6]，但氧化苦参碱的峰形不佳或与其他组分无法分离。当采用文中的条件时，氧化苦参碱的峰形对称，与其他组分分离良好。挥干溶剂后，残渣溶解时曾采用无水乙醇和流动相两种溶剂，结果发现流动相溶解的样品中氧化苦参碱与干扰峰的分离度好，且杂质峰较少，所以采用流动相溶解残渣。分别测定了超声提取 20、30、40 min 的样品，结果提取 30、40 min 的样品测得的结果比较接近，故采用超声 30 min。

参考文献：

[1]　白清云. 中国医学百科全书 · 蒙医学[M]. 上海：上海科技出版社，1992：260.

[2]　黄松，陈吉航，陶艳，等. RP - HPLC 法测定妇科栓剂中氧化苦参碱、苦参碱和小檗碱含量[J]. 药物分析杂志，2010，30(1)：110 - 113.

[3]　任永红，冯绍华. HPLC 法测定康妇灵片中苦参碱和氧化苦参碱的含量[J]. 安徽医药，2009，13(2)：154 - 155.

[4]　刘燕，曲延伟，刘园华. 高效液相色谱法测定痔痛安软膏中苦参碱与氧化苦参碱的含量[J]. 食品与药品，2009，11(3)：38 - 40.

[5]　江海，吴三桥，江珊，等. 苦参和狼牙刺植株中苦参碱与氧化苦参碱的含量测定[J]. 湖北农业科学，2009，48(12)：3136 - 3138.

[6]　张成颖，弥宏，赵宏峰，等. HPLC 测定前列康泰胶囊中的苦参碱与氧化苦参碱[J]. 华西药学杂志，2010，25(4)：476 - 477.

收稿日期：2011 - 03 - 33

论文降重，论文修改，论文代写加微信:18086619247或QQ:516639237

论文免费查重，论文格式一键规范，参考文献规范扫二维码：

相关推荐：

HPLC法测定鞣酸苦参碱中3种生物碱的含量

HPLC测定妇炎膜中苦参碱及氧化苦参碱的含量

HPLC同时测定云香精中苦参碱和氧化苦参碱含量

HPLC测定合日呼-5中的氧化苦参碱

HPLC法测定氧化苦参碱的含量

HPLC法测定山豆根中苦参碱和氧化苦参碱的含量

HPLC法测定苦参碱阴道凝胶中的有关物质

HPLC测定苗格郎洗剂中苦参碱和氧化苦参碱的含量

HPLC法同时测定氧化槐果碱、槐定碱和苦参碱

HPLC法测定蒙药四味土木香散中氧化苦参碱的含量