

HPLC 测定豨莶风湿片中粉防己碱含量

陈剑锋¹, 王静², 袁子民^{2*}

(1. 辽宁成大方圆医药有限公司, 沈阳 110005; 2. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的: 建立 HPLC 测定豨莶风湿片中粉防己碱含量。方法: 采用 Diamonsil C₁₈ 色谱柱, 以甲醇-0.3% 二乙胺 (75:25) 为流动相, 检测波长 280nm。结果: 粉防己碱在 0.191 25 ~ 1.53 μg 线性关系良好, $r = 0.999 8$, 平均回收率为 97.4% ($n = 5$), RSD 1.3%。结论: 本法简便、准确、重复性好, 可用于豨莶风湿片中粉防己碱的含量测定。

[关键词] 豨莶风湿片; 粉防己碱; 反相高效液相色谱法; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)02-0093-02

Determination of Tetrandrine in Xixian Fengshi Tablet by RP-HPLC

CHEN Jian-feng¹, WANG Jing², YUAN Zi-min^{2*}

(1. Liaoning Chengda Fangyuan Medicine Chained Limited Company, Shenyang 110005, China;

2. Liaoning university of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To establish HPLC for determining the content of tetrandrine in Xixian Fengshi tablet. **Method:** An HPLC method was developed. The chromatographic conditions were as follow: Diamonsil C₁₈ column and methanol-0.3% diethylamine (75:25) as mobile phase, detection wavelength at 280 nm. **Result:** The recovery range of tetrandrine was 0.191 25-1.53 μg, $r = 0.999 8$. The average recovery rate was 97.4% and RSD was 1.3%. **Conclusion:** The method is simple and accurate, with good repeatability, and can be used for determination of tetrandrine in Xixian Fengshi tablet.

[Key words] Xixian Fengshi tablet; tetrandrine; HPLC; Determination

豨莶风湿片是由豨莶草、桑寄生、防己等 6 味药组成的中药复方制剂, 收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》第 6 册, 标准号为 WS3-B-1262-92。具有祛风除湿, 通络止痛之功, 用于四肢麻痹, 腰膝无力, 骨节疼痛及风湿性关节炎。目前无含量测定指标, 为提高其质量标准, 本文采用反相高效液相色谱法, 测定了防己中粉防己碱含量^[1-3], 为进一步完善质量标准提供依据。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD-10AV 检测器; 浙大 N2000 色谱工作站; 粉防己碱对照品 (中

国药品生物制品检定所, 0711-200005); 甲醇为色谱纯, 二乙胺为分析纯, 水为重蒸馏水; 豨莶风湿片 (市售)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 200 mm 5 μm), 流动相甲醇-0.3% 二乙胺 (75:25), 柱温 30 °C, 检测波长为 280 nm, 流速 1.0 mL · min⁻¹。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取五氧化二磷减压 (50 °C) 干燥至恒重的粉防己碱对照品适量, 加流动相使溶解制成 76.5 mg · L⁻¹ 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 20 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入流动相甲醇-0.3% 二乙胺 (75:25) 25 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理 (功率 250 W, 频率 33 kHz) 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足得失

[收稿日期] 20100730(002)

[第一作者] 陈剑锋, 主管中药师, 主要从事中药质量标准研究, E-mail: 648848820@qq.com

[通讯作者] * 袁子民, 主要从事新药研究与开发工作, E-mail: yuanzmin@163.com

的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 阴性干扰试验 按处方量取除防己外的其他药物,按制法制备阴性样品,再按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液,精密吸取对照品溶液、供试品

溶液与阴性对照液各 10 μL ,按上述色谱条件测定,结果阴性对照品溶液在与粉防己碱相同保留时间处无色谱峰干扰(图 1)。

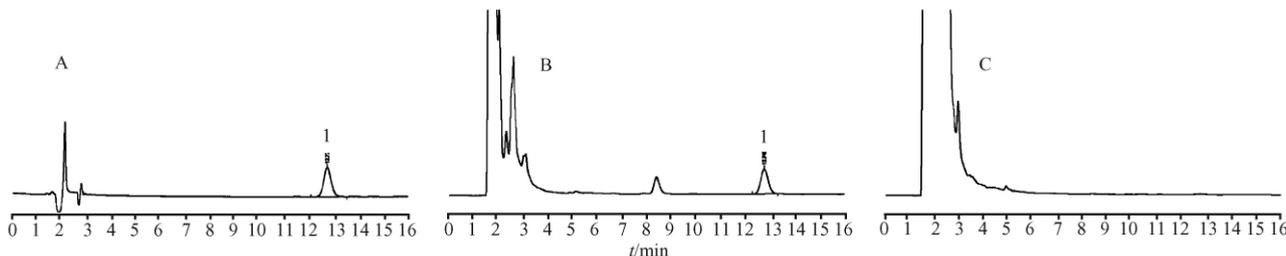


图 1 稀莖风湿片色谱

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照; 1. 粉防己碱

2.5 线性关系考察 分别精密吸取上述粉防己碱对照品溶液 2.5, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 μL ,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分为纵坐标,粉防己碱对照品进样量为横坐标,绘制标准曲线。其回归方程为 $Y = 213\ 626X + 985.84$, $r = 0.999\ 8$ 。结果表明,粉防己碱进样量在 0.191 25 ~ 1.53 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL ,注入高效液相色谱仪,连续进样 5 次,测定色谱峰峰面积,结果表明,精密度良好, RSD 1.3% ($n = 5$)。

2.7 重复性试验 精密称取同一批样品各 5 份,分别按供试品溶液制备方法操作,精密吸取各供试品溶液 10 μL ,分别注入高效液相色谱仪,测定,结果样品平均含量为 0.823 mg/片, RSD 1.9% ($n = 5$)。

2.8 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液,按 0, 2, 4, 6, 8 h 间隔,分别进样,测定色谱峰峰面积,结果表明,样品溶液在 8 h 内保持稳定, RSD 1.5% ($n = 5$)。

2.9 回收率试验 取质量差异下已知含量的本品(批号 090702, 3.288 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$) 20 片,研细,各取粉末 0.25 g,共 5 份,分别精密称定,各置具塞锥形瓶中,分别精密加入流动相配制的粉防己碱对照品溶液(0.164 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$) 5.0 mL,再加精密入流动相 20 mL,按供试品溶液制备法制备,依法测定,结果见表 1。回收率在 96.3% ~ 99.2%, RSD 1.3%,符合有关规定。

2.10 样品含量测定 取 3 批样品,按供试品溶液的制备方法制备,按上述色谱条件,依法测定,结果

3 批稀莖风湿片中粉防己碱含量为 0.823, 0.659, 0.751 mg/片。

表 1 回收率试验测定结果

No.	称样量 /g	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.250 2	0.822 7	0.82	1.624 3	97.8		
2	0.249 8	0.821 3	0.82	1.634 8	99.2		
3	0.249 3	0.819 7	0.82	1.620 1	97.6	97.4	1.3
4	0.251 1	0.825 6	0.82	1.612 3	95.9		
5	0.252 2	0.829 2	0.82	1.618 7	96.3		

3 讨论

实验中对所用溶剂(流动相、甲醇、2% 盐酸甲醇)、超声时间、样品处理方法(回流、超声)加以考察,结果以流动相超声 30 min 提取较为方便、完全。

流动相曾选用乙腈-甲醇-水-冰醋酸(40:30:30:1)(含十二烷基磺酸钠 15 $\text{mmol}\cdot\text{L}^{-1}$)和甲醇-乙腈-0.3% 二乙胺(60:20:20)为流动相,测定结果提示,供试品中待测组分与相邻组分分离度不佳,后经多次筛选,选用甲醇-0.3% 二乙胺(75:25)为流动相,经多次试验,供试品色谱中待测组分分离度良好。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010:139.
- [2] 尹明福, 郑光浩, 南极星. 反相高效液相色谱法测定粉防己碱的含量[J]. 延边大学医学学报, 2004, 27(3): 183.
- [3] 冯碧敏, 叶云, 张昊. 高效液相色谱法测定防己中粉防己碱含量[J]. 中国药业, 2005, 14(11): 35.

[责任编辑 顾雪竹]