

# 高效液相色谱法测定克淋通片中盐酸小檗碱的含量

★ 徐天玲 (湖北中医学院 武汉 430065)

**摘要:**目的:探讨克淋通片中盐酸小檗碱的含量测定方法。方法:高效液相色谱法。采用 C18 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相为 0.033 mol/l 磷酸二氢钠-乙腈-三乙胺(58:42:1),流速为 1.0 ml/min,柱温 25 °C,检测波长:345 nm。结果: $C(\mu\text{g}) = 0.000\ 127A + 0.025\ 42$ ,  $r = 0.999\ 2$  盐酸小檗碱在 1.016 ~ 9.140 μg 范围内呈良好线性关系,  $r = 0.999\ 2$ ;平均回收率为 99.5%;RSD 为 2.86%。结论:本法可准确快速的测定克淋通片中盐酸小檗碱的含量,可用于该制剂的质量控制。

**关键词:**克淋通片;盐酸小檗碱;高效液相色谱法;含量测定

**中图分类号:**R 284.1 **文献标识码:**B

克淋通片由四季红、黄柏等组方,具有清热泻火、利尿通淋的功效,对于尿路感染、肾盂肾炎有较强疗效。由于本品四季红为地方收载品种,成分尚未明确,而黄柏为处方中主要药味之一,且与疗效密切相关,故测定其成分盐酸小檗碱含量有实际意义。本试验采用高效液相色谱法测定克淋通片中盐酸小檗碱的含量,用以反映和控制本品质量。

## 1 仪器与试剂

洛尔高效液相色谱仪,紫外检测器, Echrom-2000 工作站, METTLER AE-260 电子天平, 甲醇, 乙醇均为色谱纯, 磷酸二氢钠, 三乙胺为分析纯, 水为重蒸水, 盐酸小檗碱对照品(110713-200208, 中国药品生物制品检定所), 克淋通片。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 采用依利特 Hypersil C<sub>18</sub> 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:0.033 mol/l 磷酸二氢钠-乙腈-三乙胺(58:42:1),流速为 1.0 ml/min,柱温 25 °C,检测波长:345 nm。理论塔板数按盐酸小檗碱峰计应不低于 2500。

**2.2 溶液的配制** 对照品溶液:精密称取在 105 °C 干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品 50.8 mg,置 100 ml 量瓶中,加甲醇溶液并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液(每 1ml 含盐酸小檗碱 0.508 mg)

供试品溶液:取片剂内容物 0.3 g,精密称定,置 50 ml 量瓶中,加盐酸-甲醇(1:100)溶液 30 ml,超声处理 30 min,放冷至室温,加甲醇至刻度,摇匀,用干燥滤纸过滤,取续滤液即得。

**2.3 阴性对照试验** 配制缺黄柏的阴性样品,按供试品溶液制备方法配制,吸取阴性样品溶液 10 μl,注入高效液相色谱仪中测定。结果表明:阴性样品无干扰。

**2.4 线性关系的考察** 分别精密吸取上述对照品溶液 2、6、10、14、18 μl 进样,按上述色谱条件测定,以峰积分面积(A)对进样量(C)进行线性回归,得回归方程为: $C(\mu\text{g}) = 0.000\ 127A + 0.025\ 42$ ,  $r = 0.999\ 2$ 。结果表明,阿魏酸进样量在 1.016 ~ 9.140 μg 范围内线性关系良好。

**2.5 精密度试验** 精密吸取对照品溶液 10 μl,按色谱条件连续重复进样 5 次,测定,结果盐酸小檗碱峰面积的 RSD = 1.12%,表明该方法的精密度良好。

**2.6 重现性试验** 取同一批样品 5 份,按正文含量测定方

法操作,5 份样品中盐酸小檗碱含量平均值为 4.80 mg/g, RSD 为 1.76%,表明方法的重现性较好。

**2.7 稳定性试验** 将克淋通片供试品溶液室温保存,于 1、2、3、4、5 小时分别进样 10 μl 并测定峰面积,。结果表明:样品溶液在 5 小时内保持稳定,相对标准偏差为 2.31%。

**2.8 加样回收率试验** 取与重现性试验同一批号的样品 5 份(含量为 6.21 mg/g),各取 0.2 g,精密称定,于每份中加入 2 ml 的上述盐酸小檗碱对照品溶液(0.508 mg/ml),按供试品溶液制备方法处理后,进样,记录色谱,计算回收率,得平均回收率为, RSD 为(n=5),说明回收率良好。

样品量/g	样品量/mg	加入量/mg	总检出量/mg	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
0.2152	1.336	1.016	2.336	98.4		
0.2013	1.250	1.016	2.278	101.2		
0.1878	1.166	1.016	2.163	98.1	99.5	2.86
0.1854	1.151	1.016	2.131	96.4		
0.1972	1.225	1.016	2.278	103.6		

**2.9 样品含量测定** 依供试品溶液制备各项方法处理,吸取续滤液,进样,用盐酸小檗碱对照品溶液为外标计算含量,即得克淋通片中盐酸小檗碱的含量。

批号	070812	070814	070817	070819	070823
含量/mg·g <sup>-1</sup>	6.18	6.04	6.031	5.87	5.96

## 3 讨论

黄柏为克淋通片的臣药,盐酸小檗碱为其主要的活性成分,为更好的提高药品质量,确保疗效,我们对克淋通片中的盐酸小檗碱的含量进行了研究。该产品成分复杂,采用高效液相色谱法能使盐酸小檗碱与其它组分得到较好的分离,从而能准确测得其含量。该方法样品处理简单,测得的结果回收率高,精密度好,可以有效控制产品的质量。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(2005 版一部)[S]. 北京:化学工业出版社,2005. 214.
- [2] 韩林涛,黄芳. 高效液相色谱法测定克淋通分散片中盐酸小檗碱含量的方法学研究[J]. 湖北中医学院学报,2007,9(4):21-23.
- [3] 袁梦哲,许伟华,袁文静,盐酸小檗碱片含量测定方法的改进[J]. 中国医院药学杂志,2007,21(1):57-58.

(收稿日期:2009-05-05 责任编辑:查青林)