

HPLC 法测定金鸡胶囊中盐酸巴马汀的含量

★ 袁飞峰 (江西省南昌男科医院 南昌 330001)

★ 江丰 (江西省南昌市卫生学校 南昌 330006)

关键词:金鸡胶囊;盐酸巴马汀;高效液相色谱法

中图分类号:TQ 460.7⁺2 文献标识码:B

金鸡软胶囊由金樱根、功劳木、鸡血藤、两面针等几味药组成,具有清热解毒、通络活血、健脾除湿的功效,主要用于妇科子宫内膜炎、附件炎、盆腔炎等治疗。功劳木具有清热燥湿、泻火解毒功效,与金鸡软胶囊的功效基本一致。为了控制该药的内在质量,选用功劳木中主要成分盐酸巴马汀作为定量指标,采用高效液相色谱法测定盐酸巴马汀的含量,结果表明,该法灵敏度高、专属性好、重现性好且操作简便。

1 仪器与试剂

仪器:高效液相色谱仪(HP1100 型,DAD 二极管阵列检测器);Mettler AE 163 电子天平。

试剂:金鸡软胶囊(自制,批号为 20031103、20031106、20031109、20031116、20031121);盐酸巴马汀对照品(中国药品生物制品检定所提供);水为超纯水、乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果^[1~3]

2.1 色谱条件 色谱柱: C_{18} 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm,5 μ m);流动相:乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 至 3)(28:72);流速 1.0 mL/min;柱温:25 $^{\circ}$ C。检测波长:265 nm;进样量:20 μ L。

2.2 对照品溶液和标准曲线的制备 精密称取巴马汀对照品适量,加入甲醇制成 20 μ g/mL 的溶液,作为对照品溶液。精密量取 1、2、3、4、5 mL,分置 500 mL 容量瓶中,加入甲醇稀释至刻度,摇匀,分别吸取上述溶液各 20 μ L,注入色谱仪,测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标,对照品进样量为横坐标绘图,得回归方程 $Y = 346\ 5.224\ 8X + 25.109\ 8$, $r = 0.999\ 0$ 。结果表明,巴马汀在 0.052 48 ~ 0.262 4 μ g 之间呈良好线性。

2.3 供试品溶液的制备 取供试品,研细,精密称取供试品 0.5 g,精密加入盐酸-甲醇(1:100)50 mL,称定重量,加热回流 2 小时,放冷,再称定重量,用上

述溶剂补足减失的重量,摇匀滤过,精密吸取续滤液 20 mL,加已装好的中性氧化铝柱(8 g,内径 1~1.5 cm,干法装柱)上,用甲醇 80 mL 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣用甲醇定容至 10 mL 量瓶中,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,取滤液作为供试品。分别精密吸取对照品、供试品溶液各 20 μ L,注入液相色谱仪,测定。

2.4 精密度 取同一对照品溶液,重复进样 6 次,测定峰面积,结果 RSD 为 0.51%。

2.5 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别在 0、1、2、4、8、12 小时后进样,测定,结果 RSD 为 0.93%,表明供试品溶液在 12 小时内稳定。

2.6 重现性试验 取同一批样品 5 份,进行含量测定,平均含量为 0.347 6 mg/g, RSD 为 0.64%。

2.7 加样回收率试验 精密称取已知含量的同一批样品 5 份,研细,精密称定,分别精密加入巴马汀对照品适量,按 2.3 项下制备供试品溶液,分别对每份供试品进行测定,计算回收率。结果平均回收率为 96.13%, RSD = 0.90%。

2.8 样品测定 取本品,照 2.3 项下的方法制备供试品溶液,依法测定,记录峰面积,按外标法计算样品中巴马汀的含量,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果表

批号	巴马汀/mg $\cdot$ g ⁻¹
20031103	0.373 7
20031106	0.380 4
20031109	0.369 1
20031116	0.374 5
20031121	0.368 7

参考文献

- [1]孙立华,李红兵,王玲.高效液相色谱法测定苦甘冲剂中巴马汀的含量[J].中国药业,2002,11(10):53~54
- [2]王巧,毕开顺.反相高效液相色谱法测定杜仲中巴马汀的含量[J].河北医科大学学报,2001,22(1):33~34
- [3]赵敬湘,张婷.毛细管区带电泳法测定中药金银花中巴马汀的含量[J].中草药,2000,31(6):432~432

(收稿日期:2006-09-13)