

HPLC 测定安宫止血颗粒中盐酸水苏碱的含量

★ 杨雪萍 何召允 (山东中医药大学 济南 250014)

关键词:盐酸水苏碱;安宫止血颗粒;高效液相色谱法

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:B

安宫止血颗粒,为传统中药制剂,具活血化瘀,清热止血之功效。收载于《新药转正标准》,标准中用分光光度法对总生物碱进行含量测定,控制本品含量。但在试验中发现,处方中除益母草中生物碱外,马齿苋中亦含有少量生物碱^[1],同时益母草、马齿苋药材中氨基酸类成分对比色法的测定结果亦有贡献,因此以比色法测定,专属性差,测定结果误差大,未能很好的控制本品质量。本文建立了 HPLC 测定盐酸水苏碱的含量,其精密度高,分离度好,可用于安宫止血颗粒中盐酸水苏碱的含量测定。

1 仪器与试剂

仪器:岛津 LC-2010 高效液相色谱仪,AE-240 电子天平;试剂:盐酸水苏碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:712-9903,供含量测定用),安宫止血颗粒(山东东阿阿胶股份有限公司)。

2 试验方法

2.1 色谱条件 以磺酸基键合硅胶为填充剂,Waters SCX 柱;15 mmol/L 磷酸二氢钾溶液(含有 0.04% 三乙胺和 0.15% 磷酸)为流动相,流速为 1.0 mL/min,柱温为 25℃,检测波长为 192 nm。

2.2 线性关系试验 精密称定盐酸水苏碱对照品 14.05 mg,置 25 mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度。分别精密量取 4、8、12、16、20 mL 置 25 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,各精密吸取 20 μ L,按上述色谱条件测定,以盐酸水苏碱量(μ g)为横坐标 X,峰面积为纵坐标 Y,进行直线回归,得回归方程: $Y = 69\,457.50X + 15\,346.70$, $r = 0.999\,9$,结果表明,盐酸水苏碱在 1.78~8.99 μ g 范围内线性关系良好。

2.3 供试品溶液的制备 取本品适量,研细,称取 0.5 g,精密称定,置具塞三角瓶中,精密加乙醇 50 mL,称定重量,超声(100 W,50 kHz)处理 30 分钟,静置冷却,称定重量,以乙醇补足减失的重量,滤过,精密吸取续滤液 25 mL,置蒸发皿中,于水浴上蒸

干,残渣加少量乙醇使溶解,加于氧化铝-活性炭柱(活性炭:氧化铝=1:3,活性炭 60~100 目,氧化铝 100~150 目, $d = 1.5$ cm,活性炭在上,湿法上柱),用乙醇洗脱,收集洗脱液 100 mL,蒸干,残渣用 5 mL 流动相使溶解,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

2.4 空白对照溶液的制备 另取处方中除益母草外的其余药材,按规定工艺制备成颗粒,按供试品溶液制备方法制备空白对照溶液。按上述色谱条件测定,在盐酸水苏碱对应的峰位处无吸收。

2.5 精密度试验 精密吸取盐酸水苏碱对照品溶液(0.262 mg/mL)20 μ L 连续进样 5 次,测得 5 次峰面积,峰面积平均值为 220 168.6, $RSD = 0.228\%$ 。

2.6 稳定性试验 取供试品溶液按上述色谱条件分别于 0、6、12、18、24 小时测定一次,峰面积平均值为 198 416.8, $RSD = 1.16\%$,表明供试样品在 24 小时内稳定。

2.7 重复性试验 取同一批号的样品 5 份,分别按供试品溶液制备方法制备供试品溶液,测定,计算,结果得平均含量为 15.28 mg/袋, $RSD = 1.62\%$ 。

2.8 加样回收率试验 取已知盐酸水苏碱含量的样品 5 份,各 0.2 g,精密称定,分别精密加入浓度为 0.046 9 mg/mL 盐酸水苏碱对照品溶液 25 mL,按供试品溶液制备方法制备样品溶液,测定,计算,结果平均加样回收率为 98.37%, $RSD = 1.86\%$ 。

2.9 含量测定 取 3 批样品,按本法分别检测盐酸水苏碱含量,批号为 0302301、0302302、0302303 的样品中盐酸水苏碱含量 $\text{mg} \cdot \text{袋}^{-1}$ 依次为 23.45、23.36、23.24。

参考文献

- [1]姜舜尧. 益母草药材中水苏碱成分的高效液相色谱法分析[J]. 药物分析杂志,2001.21(4):243~247

(收稿日期:2006-06-02)