

# 反相高效液相色谱法测定肾舒冲剂水煎液中的小檗碱

王曙东, 宋炳生, 李 克

(南京军区南京总医院, 江苏 南京 210002)

摘要:应用反相高效液相色谱法检测了肾舒冲剂水煎液中的小檗碱。样品经超声提取后,以 C<sub>18</sub>化学键合硅胶为固定相,乙腈-0.04 mol/L H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(体积比为 42:58)为流动相,用 349 nm 的波长定量检测。测定结果表明,小檗碱的质量浓度在 1.2~19.2 mg/L 范围内线性良好,最低检测限为 0.6 mg/L,测定批内(n=5)及批间(n=5)相对标准偏差分别为 0.6%~3.5%和 5.3%~6.5%,回收率为 89.10%~91.35%。

关键词:高效液相色谱法;小檗碱;肾舒冲剂

中图分类号:O652.63;R284

文献标识码:B

文章编号:1000-8713(2000)03-0261-02

## 1 前言

肾舒冲剂系采用水提醇沉工艺制备,由黄柏、白花蛇舌草等 10 味中草药组成,具有清热解毒、利尿通淋功效,已被卫生部药品标准收载。用于治疗尿道炎、膀胱炎、急性及慢性肾盂肾炎。目前尚无定量检测方法报道。本文采用反相高效液相色谱分离、紫外定量检测其水煎液中的小檗碱。实验结果表明,该方法准确、重复性好,适用于含小檗碱制剂的含量测定及质量控制。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器、试剂和药品

高效液相色谱仪系统包括 P200 高压恒流泵(大连化物所)、UV200 紫外-可变波长检测器及 GJ605 型六通进样阀(大连依利特科学仪器有限公司);数据采集及处理采用 WDL-95 色谱工作站(国家色谱研究分析中心);WH-851 旋涡混合器(上海环宇仪器厂);溶剂过滤器(天津腾达过滤器件厂)。

小檗碱标准品购自中国药品生物制品检定所;HPLC 级乙腈由江苏淮阴精细化工研究所生产;中药购自药材公司;试验中所用其它试剂均为分析纯,

水溶液均以二次重蒸馏水配制。

### 2.2 色谱条件

色谱柱:Hypersil BDS C<sub>18</sub>柱(250 mm×4.6 mm i. d., 5 μm, 大连化物所);流动相:参照文献[1]调整乙腈与 0.04 mol/L H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 的体积比为 42:58,使用前以 0.45 μm 滤膜减压过滤;检测波长:349 nm;流速:1.0 mL/min;定量管体积:20 μL。

### 2.3 样品处理

取肾舒冲剂处方中的 10 味中草药,加水煎煮 2 次,每次 1 h,合并煎液,浓缩至每 mL 相当于含 1 g 生药。加入乙醇(使乙醇的体积分数达 40%)使其产生沉淀,过滤。滤液在 80 °C 水浴条件下挥干,研细。精确取样,加氯仿 10 mL,超声提取 10 min,过滤。挥干氯仿,残渣用甲醇溶解并定容至 10 mL。取甲醇溶液 250 μL,50 °C 下空气吹干,残渣用 1 mL 流动相充分溶解后进样测定。

## 3 结果与讨论

### 3.1 色谱分离

在“2.2”项条件下,小檗碱的保留时间约为 8.4 min,与共存的其它物质分离良好(见图 1)。

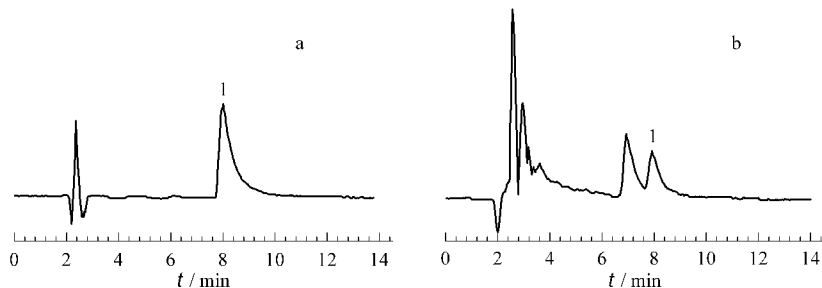


图 1 小檗碱标准品(a)及肾舒冲剂水煎液(b)的色谱图

Fig. 1 Chromatograms of berberine standard solution(a) and extracted liquid from Shenshu granules with water(b) (Peak):1. 小檗碱(berberine).

收稿日期:1999-03-29;修回日期:1999-06-24

作者简介:王曙东(1965-),男,硕士,主管药师,电话:(025)4820173。

### 3.2 重复性

连续 5 次配制小檗碱的质量浓度分别为 2.4, 4.8, 19.2 mg/L 的样品各 5 份进行测定。结果显示, 小檗碱峰面积的批内、批间相对标准偏差分别为 3.5%, 2.8%, 0.6% 和 6.5%, 5.3%, 5.7%。

### 3.3 标准曲线及检测限

配制小檗碱标准液的质量浓度分别为 1.2, 2.4, 4.8, 9.6, 19.2 mg/L, 进样测定。以峰面积  $A$  对小檗碱质量浓度  $\rho$  (mg/L) 进行回归计算, 结果表明二者线性关系良好, 回归方程及相关系数分别为  $A = 26\ 309.60\rho - 355.42$ ,  $r = 0.999\ 8$ , 最低进样检测质量浓度为 0.6 mg/L。

### 3.4 回收率

精确吸取已知含量的处方水煎液, 精确加入小

檗碱标准液, 依法测定后计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率的测定 ( $n=4$ )

Table 1 Recovery of berberine added to sample ( $n=4$ )

加入量 Added (mg/L)	测出量 Found (mg/L)	回收率 Recovery (%)	RSD (%)
30	91.49	89.51±3.52	3.93
60	118.10	89.10±3.79	4.24
90	146.86	91.35±3.25	3.55

## 参 考 文 献

- 1 Fu Xiao-yong, Liang Wen-zao, Fang Dian-mo et al (傅小勇, 梁文藻, 方典谟等). Chin J Pharm Anal (药物分析杂志), 1986(4): 195-198

# Determination of Berberine in Decocted Liquid from Shenshu Granules with Water by Reversed-Phase Liquid Chromatography

WANG Shu-dong, SONG Bing-sheng, LI Ke

(General Hospital of Nanjing Command, PLA, Nanjing 210002, China)

**Abstract:** A reversed-phase liquid chromatographic method has been developed and validated for the analysis of berberine in decocted liquid from Shenshu granules with water. The drug was extracted with supersonic wave and then measured by HPLC using a Hypersil C<sub>18</sub> column and an acetonitrile -0.04 mol/L H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (42 : 58, V/V) as mobile phase. Berberin was quantified by ultraviolet absorbance at 349 nm. The method proved to be linear in the range of 1.2-19.2 mg/L. The lower limit of detection of berberin was 0.6 mg/L. Intra-day and inter-day coefficients of variation of assay for berberin were 0.6%-3.5% ( $n=5$ ) and 5.3%-6.5% ( $n=5$ ), respectively. The recoveries of the method were 89.1%-91.4%.

**Key words:** high performance liquid chromatography; berberin; Shenshu granules