

文章编号:1002-1175(2011)03-0398-04

## 简报

# HPLC 法同时测定氧化槐果碱、槐定碱 和苦参碱\*

吴志娇<sup>1</sup>, 赵红<sup>1†</sup>, 薛英<sup>1</sup>, 胡新明<sup>1</sup>, 毛一卿<sup>2</sup>, 谭焕然<sup>2†</sup>

(1 中国科学院研究生院, 北京 100049; 2 北京大学, 北京 100191)

(2010 年 5 月 17 日收稿; 2010 年 9 月 6 日收修改稿)

Wu Z J, Zhao H, Xue Y, et al. Simultaneous determination of oxysophocarpine, sophoridine, and matrine by HPLC [J]. Journal of the Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, 2011, 28(3): 398-401.

**摘要** 建立了同时测定氧化槐果碱、槐定碱和苦参碱的 HPLC(高效液相色谱)方法. 用 VP-ODS(维普 C18 柱)150mm × 4.6 mm, 5 μm 色谱柱, 柱温 40 °C, 流动相为 0.01 mol/L pH 8.5 磷酸盐缓冲溶液-甲醇(40:60), 流速 1.0 mL/min, 紫外检测器波长 215 nm. 结果表明, 3 种生物碱在确定的色谱条件下得到很好的分离, 且在所选质量浓度范围 20 ~ 200 mg/L 内线性关系良好, 回收率范围 97.2% ~ 102%.

**关键词** 氧化槐果碱, 槐定碱, 苦参碱, 高效液相色谱

**中图分类号** R917

氧化槐果碱(oxysophocarpine)、槐定碱(sophoridine)和苦参碱(matrine)等有相似结构的喹啉啶类(quinolizidine)生物碱具有平喘、消炎抗菌和抗肿瘤等重要的生物活性. 近几年来, 在对生药和制剂的有效成分含量的研究中, 建立了多种利用高效液相色谱分别及同时检测多种生物碱的方法<sup>[1-8]</sup>. 但利用高效液相色谱法同时测定氧化槐果碱、槐定碱和苦参碱的报道很少<sup>[9]</sup>. 本文建立了同时测定上述生物碱的反相高效液相色谱法, 使 3 种生物碱得到有效的分离. 该方法具有简便、准确、快速的特点.

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器、原料及试剂

LC-20AT 高效液相色谱仪, SPD(串行检测)紫外可见双波长检测器, LC solution 工作站(岛津), 氧化槐果碱、槐定碱和苦参碱对照品均购于中国药品生物制品药品鉴定所, 甲醇为色谱纯, 水为 18.2 MΩ 超纯水, 磷酸二氢钾(分析纯), 磷酸氢二钾(分析纯).

### 1.2 实验方法与结果

#### 1.2.1 色谱条件

色谱柱为 VP-ODS150mm × 4.6mm, 5μm, 流动相为 0.01mol/L pH 8.5 磷酸盐缓冲溶液-甲醇(40:

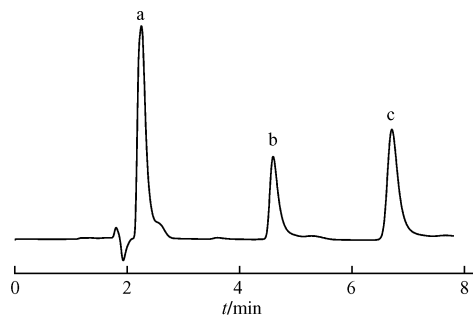
\* 国家科技支撑计划(2009BAK61B01)、国家重点基础研究发展计划(2007CB935900)和中国科学院长春应用化学研究所电分析化学开放研究实验室基金(SKLEAC2010005)资助

† 通讯联系人, E-mail: hongzhao@gucas.ac.cn; tanlab@bjmu.edu.cn

60),柱温 40℃,流速 1.0mL/min,紫外检测器波长 215nm.在该色谱条件下,氧化槐果碱、槐定碱和苦参碱可以得到很好的分离,保留时间分别为 2.3、4.6、6.7min(图1).

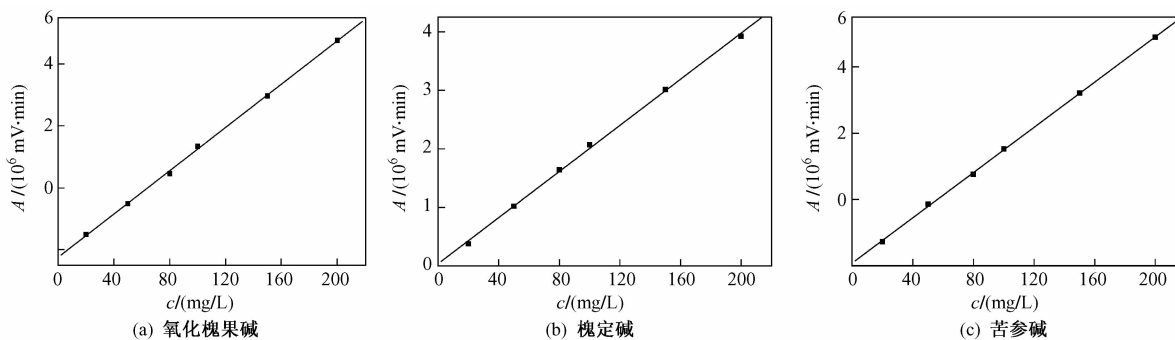
1.2.2 标准溶液配制与线性关系考察

精确称取氧化槐果碱、槐定碱和苦参碱对照品各 0.70mg,用 0.01mol/L pH 8.5 磷酸盐缓冲溶液(经 0.45μm 的滤膜过滤)溶解至 3.5mL.然后稀释成 20, 50, 80, 100, 150, 200mg/L,在所确定的色谱条件下分析.每次进样 20 μL,以所得峰面积 A 为纵坐标与质量浓度 c 为横坐标绘制 3 种生物碱的标准曲线(图2),并求回归方程.3 种生物碱的线性方程、相关系数和检出限量见表1.



a. 氧化槐果碱;b. 槐定碱;c. 苦参碱.

图1 3种生物碱分离色谱图



实验条件:流动相为 0.01mol/L pH 8.5 磷酸盐缓冲溶液-甲醇(40:60),柱温 40℃,流速 1.0mL/min,紫外检测器波长 215nm.

图2 3种生物碱的标准曲线

表1 3种生物碱的线性关系和线性范围

生物碱	回归方程	相关系数 <i>r</i>	线性范围 <i>c</i> / (mg/L)	检出限量 <i>c</i> / (mg/L)
氧化槐果碱	$A = 0.035c - 0.24$	0.9996	20 ~ 200	2.0
槐定碱	$A = 0.020c + 0.038$	0.9994	20 ~ 200	1.0
苦参碱	$A = 0.034c + 0.084$	0.9998	20 ~ 200	0.5

1.2.3 精密度考察

在确定的色谱条件下,3 种生物碱均以 60 mg/L 的质量浓度进样 5 次分析,每次进样 20 μL,求所得峰面积的平均值和 RSD 值(相对标准偏差).3 种生物碱的 RSD 值分别为:氧化槐果碱 0.78%,槐定碱 0.53%,苦参碱 0.63%.

1.2.4 回收率实验

在上述线性范围内,用不同质量浓度(40, 60, 90 mg/L)的 3 种生物碱标样做回收率测定.每次进样 20 μL,每个质量浓度平行测定 2 次,使用所得面积的平均值计算回收率,结果见表2.

表2 3种生物碱的回收率

生物碱	氧化槐果碱			槐定碱			苦参碱		
	加入/(mg/L)	40	60	90	40	60	90	40	60
检测/(mg/L)	39.3	58.3	90.4	39.4	61.2	90.5	39.3	58.9	89.5
回收率/%	98.2	97.2	100.4	98.5	102	100.6	98.2	98.2	99.4

## 2 讨论

采用 0.01 mol/L pH 8.5 磷酸盐缓冲溶液-甲醇(40:60)作为流动相,使氧化槐果碱、槐定碱和苦参碱得到有效的分离,方法简便、准确、快捷。

### 参考文献

- [ 1 ] Hu J P, Yang J H. Determination of matrine in Yanshu injection by HPLC[J]. Chinese Journal of Hospital Pharmacy, 2003, 23(1):15-16 (in Chinese).  
胡君萍,杨建华. 高效液相色谱法测定岩舒注射液中苦参碱的含量[J]. 中国医院药学杂志,2003,23(1):15-16.
- [ 2 ] Li P F, Wang Z, Shen B, et al. Simultaneous determination of matrine, oxymatrine, sophocarpine, sophoramine by RP-HPLC[J]. Lishizhen Medical and Materia Medica Research,2004,15(2):76-77 (in Chinese).  
李培凡,王智,沈彬,等. 反相高效液相色谱同时测定苦参碱、氧化苦参碱、槐果碱和槐胺碱的含量[J]. 时珍国医国药,2004,15(2):76-77.
- [ 3 ] Wu D, Liang J, Lian J W, et al. Simultaneous RP-HPLC determination of oxysophocarpine oxymatrine and matrine in compound kushen injection[J]. Journal of Shenyang Pharmaceutical University, 2006, 23(4):220-223 (in Chinese).  
吴迪,梁健,廉建伟,等. RP-HPLC法同时测定复方苦参注射液中氧化槐果碱、氧化苦参碱和苦参碱的含量[J]. 沈阳药科大学学报,2006,23(4):220-223.
- [ 4 ] Jiang Y L, Zhang S Y, Lü H Z. Determination of oxymatrine and matrine in kushen tablets by HPLC[J]. Lishizhen Medical and Materia Medica Research, 2006, 17(11):2204-2205 (in Chinese).  
姜艳玲,张善玉,吕惠子. 高效液相色谱法同时测定苦参片中苦参碱和氧化苦参碱的含量[J]. 时珍国医国药,2006,17(11):2204-2205.
- [ 5 ] Gulnar S, Haji A A, Shi M H, et al. Simultaneous determination of contents of sophoridine, oxymatrine and oxysophocarpine in seed of Sophora alopecuroides by HPLC[J]. China Journal of Chinese Materia Medica, 2007, 32(24):2619-2622 (in Chinese).  
古丽娜·沙比尔,阿吉艾克拜尔·艾萨,石明辉,等. HPLC同时测定苦豆子中槐定碱、氧化槐果碱和氧化苦参碱的含量[J]. 中国中药杂志,2007,32(24):2619-2622.
- [ 6 ] Zhang A H, Zhang Y H. HPLC simultaneous separation and determination of sophoridine, matrine, oxymatrine, sophoramine, sophocarpine[J]. Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis, 2008, 28(6):964-966 (in Chinese).  
张爱华,张悦晗. 高效液相色谱法同时分离测定氧化苦参碱、槐定碱、槐胺碱、苦参碱、槐果碱[J]. 药物分析杂志,2008,28(6):964-966.
- [ 7 ] Wang Y Q, Ma Y Y, Wu Yan, et al. Fingerprint and quantitative analysis of Kushen dispensing granules by high performance liquid chromatography[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2006, 34(12):1792-1793 (in Chinese).  
王一奇,马源源,吴雁,等. 苦参配方颗粒的高效液相色谱指纹图谱研究及定量分析[J]. 分析化学研究简报,2006,34(12):1792-1793.
- [ 8 ] Song Y Q, Wei Y H, Liu W J, et al. Simultaneous determination of sophoridine, matrine and sophocarpine in sophora alopecuroides cream by HPLC[J]. China Pharmacy, 2008, 19(24):1878-1879 (in Chinese).  
宋玉琴,魏玉辉,刘文静,等. HPLC法同时测定苦豆子乳膏中槐定碱、苦参碱和槐果碱的含量[J]. 中国药房,2008,19(24):1878-1879.
- [ 9 ] Liu Q, Liu Y G, Zheng Y S, et al. Determination of 4 kinds of alkaloids in sophora flavescens ait by HPLC[J]. Lishizhen Medical and Materia Medica Research, 2006, 17(11):2211-2212 (in Chinese).  
刘倩,刘永刚,郑玉胜,等. 苦参药材中4种生物碱的含量测定[J]. 时珍国医国药,2006,17(11):2211-2212.

## Simultaneous determination of oxysophocarpine, sophoridine, and matrine by HPLC

WU Zhi-Jiao<sup>1</sup>, ZHAO Hong<sup>1</sup>, XUE Ying<sup>1</sup>, HU Xin-Ming<sup>1</sup>, MAO Yi-Qing<sup>2</sup>, TAN Huan-Ran<sup>2</sup>

(1 Graduate University, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China; 2 Peking University, Beijing 100191, China)

**Abstract** An HPLC method for simultaneous determination of oxysophocarpine, sophoridine, and matrine was proposed. VP-ODS column (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) was used in the experiment. Column temperature was 40 °C, mobile phase was 0.01 mol/L phosphate buffer solution (pH 8.5)-methanol (40:60), UV detection wavelength was 215nm, and flow rate was 1.0 mL/min. The results indicated that the three kinds of alkaloid were separated effectively and showed good linearity within the selected concentration range.

**Key words** oxysophocarpine, sophoridine, matrine, HPLC