

• 药物分析 •

高效液相色谱法测定复方岗黄洗剂中盐酸小檗碱含量

董继岩, 李勉珊, 赵 森, 薛克昌, 谭生建(中国人民解放军第 306 医院药剂科, 北京 100101)

摘要 目的: 建立高效液相色谱测定复方岗黄洗剂中盐酸小檗碱含量的方法。方法: Intersil C₁₈ 分析色谱柱, 流动相: 水-乙腈(69:31), 含 0.5% 三乙胺, 用磷酸调 pH 至 3.0, 检测波长: 350nm。结果: 分离度: 大于 1.5, 线性关系: $Y = -2.425 + 0.000001142X$, 相关系数 $r = 0.9998$, 线性范围在 51.20~256.0 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$, 回收率: 平均 101.4%。结论: 本法测定结果准确, 可靠, 可用于复方岗黄洗剂中盐酸小檗碱含量的测定。

关键词 高效液相色谱法; 复方岗黄洗剂; 盐酸小檗碱

中图分类号: R927.2 文献标识码: D 文章编号: 1006-0111(2003)01-0041-02

复方岗黄洗剂由岗松挥发油、地肤子和盐酸小檗碱等制成, 功能清热解毒, 祛风燥湿, 杀虫止痒, 收敛止痛, 用于妇女阴道炎, 宫颈炎等。盐酸小檗碱制剂的含量测定方法报道有 HPLC 法^[1,2]。本实验建立了高效液相色谱测定复方岗黄洗剂中盐酸小檗碱含量的方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

BIO-RAD 公司 2800 液相色谱泵, 7215 型手动进样器(USA), BIO-DIMENSION 紫外可见分光光度检测器, TL9900 色谱数据工作站。

1.2 试剂

盐酸小檗碱对照品(0713-9906)购自中国药品生物制品检定所; 乙腈(天津市西华特种试剂厂, 20010818)色谱纯; 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备

精密称取盐酸小檗碱对照品 25.60mg, 置 100ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1ml 含盐酸小檗碱 256.0 μg)。

2.2 色谱条件和系统适用性试验

Intersil C₁₈ 分析色谱柱(4.6mm ID × 250 mm, 粒径 5 μm); 流动相: 水-乙腈(69:31), 含 0.5% 三乙胺, 用磷酸调 pH 至 3.0; 检测波长 350nm; 流速: 1ml·min⁻¹。在此色谱条件下, 测得盐酸小檗碱对照品, 复方岗黄洗剂阴性样品(不含盐酸小檗碱)和复方岗黄洗剂样品色谱图(见图 1)。

在图 1 中, 盐酸小檗碱保留时间约为 12.9min, 与相邻峰的分度大于 1.5, 理论板数 6010。

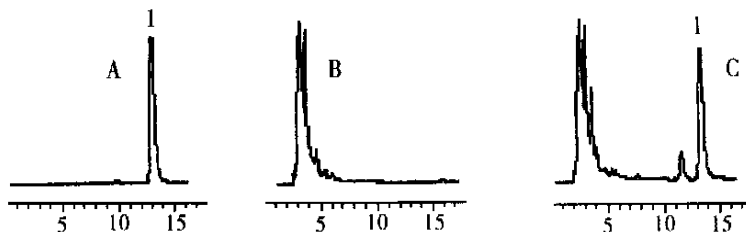


图 1 复方岗黄洗剂色谱图

A- 盐酸小檗碱对照品

B- 复方岗黄洗剂阴性样品

C 复方岗黄洗剂样品

1 号峰为盐酸小檗碱

2.3 线性关系

精密量盐酸小檗碱对照品溶液适量, 用流动相稀释成系列浓度($n = 5$), 分别取 10 μl 注入液相色谱仪, 记录色谱峰面积, 以峰面积均值对进样浓度 Y ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$) 线性回归, 得回归方程 $Y = -2.425 + 0.000001142X$, $r = 0.9998$ 。线性范围 51.20~256.0 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 。

2.4 供试液制备

取复方岗黄洗剂适量, 滤过, 弃去初滤液, 精密量取续滤液 5ml, 置 25ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.5 仪器精密度

同一复方岗黄洗剂样品供试液重复进样 5 次, 记录盐酸小檗碱色谱峰面积, RSD 为 0.36%。

2.6 稳定性试验

复方岗黄洗剂供试液配制后进样测定, 1, 2, 3, 4h 各测一次, 记录盐酸小檗碱色谱峰面积, *RSD* 为 0.44%。

2.7 方法重复性

同一复方岗洗剂重复取样 5 次, 照 2.3 项下方法制备供试液, 测定, 计算盐酸小檗碱含量, *RSD* 为 0.36%。

2.8 回收率试验

取复方岗黄洗剂, 照 2.3 项下方法制备供试液, 测定含量, 作为回收率测定空白样品。精密量取同批复方岗黄洗剂续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 精密加入对照品溶液 7ml, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为加样回收样品, 与空白样品同法测定, 计算, 即得。共制备 5 份加样回收样品, 测定结果见表 1。

表 1 盐酸小檗碱回收率测定结果

空白含量 ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)	按油精加入量 ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)	测定总量 ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	<i>RSD</i> (%)
38.38	35.84	75.35	103.2		
38.38	35.84	74.28	100.2		
38.38	35.84	74.36	100.4	101.4	1.2
38.38	35.84	74.65	101.2		
38.38	35.84	74.88	101.8		

2.9 样品测定

分别精密吸取稀释的对照品溶液 ($64.0\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$) 和制备的供试液各 10 μl , 注入液相色谱仪, 记录色谱峰面积, 外标法计算, 即得。测定了 3 批样品, 复方岗黄洗剂中盐酸小檗碱含量 ($\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$) 分别是 35.8%、32.6% 和 38.4%。

3 讨论

经光谱扫描确认盐酸小檗碱分别在 230、265 和 350nm 有强吸收峰, 考虑到在 350nm 复方岗黄洗剂中其他成分干扰较小, 选用 350nm 作为测定波长。

流动相用磷酸调 pH 至 3.0, 可抑制盐酸小檗碱解离, 改善峰形。

本法操作简便、测定结果准确可靠, 可用于复方岗黄洗剂中盐酸小檗碱含量测定。

参考文献:

- [1] 叶富强, 陈蔚文, HPLC 法测定连香胶囊中盐酸小檗碱的含量 [J]. 广州中医药大学学报, 1997, 14(3): 195.
- [2] 潘扬, 史纬. HPLC 法测定糖芨清片中盐酸小檗碱、掌叶防己碱和葛根碱的含量 [J]. 南京中医药大学学报, 1996, 12(6): 25.

收稿日期: 2002-09-12

• 药物不良反应与相互作用 •

注射用磷霉素钠致过敏 1 例

邹琼 (武警湖北省总队医院, 湖北 武汉 430061)

中图分类号: R974

文献标识码: D

文章编号: 1006-0111(2003)01-0042-01

1 临床资料

患者陈某, 女, 24 岁。2001 年 4 月 24 日行第一胎剖宫产, 5 月 17 日下午来我院门诊就诊。自述流涕 3 天, 发热 1 天。无药敏史。查体: 乳房对称、稍硬, 咽红。诊断: 产褥期上呼吸道感染(哺乳期)。门诊输液治疗, 静脉滴注 10% 葡萄糖 250ml 加注射用磷霉素钠(商品名: 复美欣, 东北制药总厂产品, 批号 200005401) 8g, 患者输完液后回家休息。当晚 22 时患者因心前区不适加重伴抽搐送我院急诊科急救。查体: 体温 38.6 $^{\circ}\text{C}$, 血压 140/75mmHg, 四肢抽搐, 呼吸急促, 全身皮肤无皮疹, 皮温正常。心率 90 次/

min, 律齐, 各瓣膜听诊区未闻杂音。双肺呼吸音清晰, 未闻干湿性罗音。诊断: 药物过敏。给予吸氧和抗过敏处理, 2h 后症状消失, 观察至次日晨, 抢救成功。

2 讨论

磷霉素系一新类型的广谱抗生素, 通过抑制细菌细胞壁的早期合成而起杀菌作用。毒性较轻。注射用磷霉素钠使用说明提示: 已知对磷霉素过敏者禁用, 家庭有过敏史者或对其他药物过敏者慎用, 个别患者出现休克。本例患者无药敏史, 首次使用该药, 系典型的磷霉素致过敏病例。

收稿日期: 2002-06-28