

小儿腹泻贴膏剂中吴茱萸碱及次碱的含量测定

吴 清 赵志群* 杜守颖(北京中医药大学 100029)

摘要 用薄层扫描法测定了小儿腹泻贴膏剂中吴茱萸碱和吴茱萸次碱的含量。灵敏度中。回收率分别为吴茱萸碱 100.4%, RSD 2.83%, 吴茱萸次碱 101.6%, RSD 2.31%。

关键词 薄层扫描 吴茱萸碱 吴茱萸次碱

Determination of Evodiamine and Rutecarpine in an Adhesive Preparation for Infantile Diarrhea by a TLC-scanning Assay

Wu Qing, Zhao Zhiqun, Du Shouying (Beijing University of TCM, 100029)

Abstract: The content of evodiamine and rutecarpine in an adhesive preparation for infantile diarrhea was determined by a TLC-scanning assay. The recovery of evodiamine was 100.4%, RSD 2.83% and rutecarpine's was 101.6%, RSD 2.31%.

Key Words: TLC-scanning, evodiamine, rutecarpine

小儿腹泻贴膏剂是由吴茱萸、肉桂、丁香、白胡椒等组成经提取加入软膏基质及透皮促进剂制成软膏涂于背衬材料上,治疗小儿虚寒性腹泻的外用贴膏剂。其君药为吴茱萸,吴茱萸的主要有效成分是生物碱。本试验研究以吴茱萸碱和次碱为指标,测定其含量,为控制该药品质量提供方法学基础。

1 仪器与药品

1.1 仪器 CS-9000 双波长薄层扫描仪(日本岛津);三用紫外分析仪(北京实验仪器厂)

1.2 药品 吴茱萸碱对照品、吴茱萸次碱对照品购于中国药品生物制品检定所;硅胶 G 板(青岛海洋化工厂);其它试剂均为分析纯。

2 测定方法^[1]

2.1 薄层条件 以正丁醇:冰醋酸:水(5:1:1)为展开剂,饱和 15 分钟后,直立上行展开,展距 8cm,展毕取出晾干,于紫外灯下

观察荧光斑点。结果如图 1 所示。

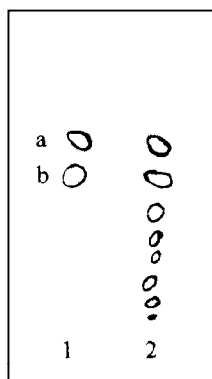


图 1 吴茱萸碱,次碱 TLC 图谱

1 标准品液 a:吴茱萸次碱
2 样品液 b:吴茱萸碱

2.2 扫描条件 扫描采用反射式锯齿扫描。吴茱萸碱 $\lambda_s = 270\text{nm}$, $\lambda_R = 350\text{nm}$, 吴茱萸次碱 $\lambda_s = 340\text{nm}$, $\lambda_R = 370\text{nm}$ 。Sx=3,灵敏度中。

2.3 线性关系 精密称取吴茱萸碱 5mg, 吴茱萸次碱 6mg,用氯仿混溶于 10ml 容量瓶中,稀释至刻度,配成含碱 0.5mg/ml,次碱 0.6mg/ml 的混和标准品溶液,分别于距

薄层板底部 2cm,边缘 1.5cm 处每隔 1.5cm 点 1、2、3、4、5、6 μ l 标准品溶液于硅胶 G 板上,按上述方法展开并进行扫描测定,以对照品量对峰面积作图,吴茱萸碱在 0.5~3 μ g 内、次碱在 0.6~3.6 μ g 内呈良好线性关系。

吴茱萸碱回归方程 $Y = 18500.54x + 11803.4$ $r = 0.9957$

吴茱萸次碱回归方程 $Y = 7016.66x + 75306.4$ $r = 0.9987$

2.4 空白试验 除吴茱萸外其它药味及基质的氯仿提取液按上述条件展开测定,在对照品处无吸收。

2.5 样品测定 取成品一贴(10g),加热融化后,加入硅藻土分散,分别加入 6 倍量氯仿超声波提取 3 次,每次 20 分钟,合并提取液,回收氯仿。定容于 5ml 容量瓶中即为样品液,同法制备 3 个批号平行样品。

精密吸取标准品液 1 μ l 和 3 μ l,样品液

表 2 稳定性实验数据(峰面积)

时间	20'	40'	60'	80'	100'	120'	RSD(%)
吴茱萸碱	56740.24	57216.99	57344.8	57658.4	57075.52	56821.27	1.33
吴茱萸次碱	184103.1	178436.4	184374.3	179238.4	182331.2	182626.7	3.04

表 3 精密度实验数据(峰面积)

编号	1	2	3	4	5	6	RSD(%)
吴茱萸碱	60641.76	60226.24	59885.42	58816.44	60161.58	60340.25	1.28
吴茱萸次碱	182525.6	178579.6	182432.6	179831.2	179342.4	183924.3	2.6

表 4 加样回收率实验数据

	吸收峰面积			回收率 (%)
	标品 1 μ l	标品 3 μ l	样品+标品	
吴茱萸次碱	100713.14	302981.07	211032.67	103.1
	100713.14	302981.07	205716.83	99.0
	100374.56	316347.60	208933.40	102.2
	100374.56	316347.60	211794.80	104.8
	85631.42	286151.95	200209.13	98.1
	85631.42	286151.95	204825.37	102.7
	\bar{x}	101.65%	RSD	2.31%
吴茱萸碱	42130.78	84657.94	63832.14	103.3
	42130.78	84657.94	63564.89	102.1
	37779.67	77511.88	57604.46	100.6
	37779.67	77511.88	58087.95	103.0
	41127.70	90642.48	55150.0	95.5
	41127.70	90642.48	55743.18	97.9
	\bar{x}	100.4%	RSD	2.83%

标准品 0.83mg、次碱 1.00mg 分别加入六贴样品(贴/10g)中一起超声波提取,方法同样品液制备,定容于 5ml 容量瓶中点样 3 μ l。同

4 μ l 点于同一薄层板上,标准品液各点 2 点,样品液点 3 点。按前法展开,扫描测定。用外标两点法计算含量。吴茱萸碱为 0.674mg/贴、0.667mg/贴、0.681 mg/贴。吴茱萸次碱为 0.641mg/贴、0.650mg/贴、0.639mg/贴。

2.6 重现性实验 将批号为 96518 的样品取出 5 贴,每贴 10g,同上法测定。结果见表 1。

表 1 重现性实验数据(mg/贴)

编号	1	2	3	4	5	RSD(%)
吴茱萸碱	0.669	0.671	0.681	0.675	0.674	1.36
吴茱萸次碱	0.641	0.650	0.648	0.637	0.630	1.89

2.7 稳定性实验 样品展开后,每隔 20 分钟测定一次,2 小时内峰面积值基本不变,可供有效测定。数据见表 2。

2.8 精密度试验 于同一薄层板上点 6 个等量样品点,按前法展开扫描测定,其峰面积值无显著性差异。数据见表 3。

2.9 加样回收率实验 精密称取吴茱萸碱

板随行 1 μ l、3 μ l 标准品溶液及样品液 3 μ l。外标两点法计算结果。数据见表 4。

3 讨论

3.1 吴茱萸的主要有效成分为生物碱类,而吴茱萸碱和次碱是吴茱萸的主要生物碱,故以此为指标控制成品的质量。

3.2 样品液的处理分别进行了索氏提取器回流和超声波提取的比较,结果表明,二种方法差异不大而回流法耗时长,故选用超声波提取简便易行。超声提取次数实验表明第 4 次提取液已检测不出生物碱,故采用提取 3 次的方法。

参考文献

[1] 张韬等. 中国中药杂志 1994;12(7): 410