

降压贴膜中藜芦碱的含量测定

王隶书, 程东岩, 程东红

(吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

摘要: 目的: 建立降压贴膜中藜芦碱的含量测定方法。方法: 双波长薄层扫描法, 薄层板: 硅胶 G 薄层板, 展开剂: 以苯-氯仿-异丙醇(5: 5: 1.25) 为展开剂, 显色方法: 喷以改良碘化铋钾试液。结果: 线性范围 0.5~ 4.0 μg , 平均回收率为 99.2%, *RSD* 为 2.22%。结论: 方法准确、可靠, 为控制降压贴膜的质量提供了科学依据。

关键词: 降压贴膜; 藜芦碱; 双波长薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)04-0017-02

降压贴膜为我院研制的治疗高血压的外用贴膜剂, 它是从中药材藜芦中提取的总生物碱为有效部位, 辅以成膜材料及透皮吸收促进剂而制成的。药理实验证明, 本品对原发性高血压具有较显著的作用。为控制其内在质量, 我们以双波长薄层扫描法对其中主要有效成分藜芦碱的含量进行了测定。

1 仪器与试剂

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津); 硅胶 G, 青岛海洋化工厂; 藜芦碱对照品, 本院新药中心制备, HPLC 归一化法测定纯度为 99.12%;

2 实验与结果

2.1 对照品溶液 精密称取藜芦碱对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液 取本品一贴, 剪碎, 置于具塞锥形瓶中, 加氯仿 50ml 及浓氨水 1ml, 超声处理 40min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣以 5% 酒石酸溶液 15ml 充分搅拌使溶解, 倾取溶解液, 残渣以 5% 酒石酸溶液 5ml 同法操作, 倾取溶解液, 合并二次溶解液, 以浓氨水调 pH 值至 9, 以氯仿萃取三次, 每次 15ml, 合并萃取液, 蒸干, 残渣以甲醇溶解并定量转移至 5ml 量瓶中, 以甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.3 薄层层析 照薄层色谱法(中国药典 2000 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述两种溶液及藜芦(一) 供试液(同供试品方法制备) 各 2 μl , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 置于双槽层析缸中, 以苯-氯仿-异丙醇(5: 5: 1.25) 为展开剂(层析缸另一槽加 0.25ml 浓氨水), 上行展开 6cm, 取出, 挥去溶剂, 喷以改良碘化铋钾试液, 薄层图谱如图 1, 藜芦碱得到

很好分离。

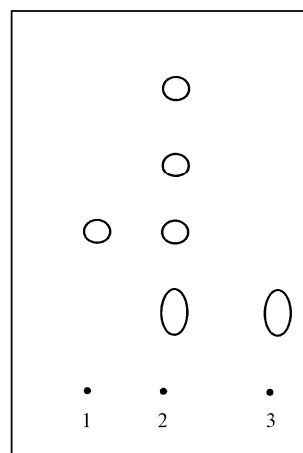


图 1 降压贴膜薄层色谱图

1. 藜芦碱对照品 2. 降压贴膜 3. 阴性供试液

2.4 线性关系的考察 精密吸取对照品溶液 1.2、4.6、8 μl , 分别点于同一硅胶 G-CMC 薄层板上, 按上述条件层析, 封板, 于 CS-930 型薄层扫描仪上进行反射式锯齿扫描, $\lambda = 520\text{nm}$, $\lambda_r = 700\text{nm}$, $SX = 3$, 以吸收度积分值为纵坐标, 点样量为横坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为: $Y = 1132.5 + 7456.72X$, $r = 0.9981$, 线性范围 0.5~ 4.0 μg 。

2.5 稳定性试验 取样品供试液 2 μl 点于薄板上, 依法展开, 显色, 在室温避光保存, 每隔 30min 扫描一次, 结果在 3h 内吸收度积分值保持稳定, *RSD* = 2.06%。

2.6 精密度考察 依法对同一样品供试液进行 5 次重复测定, 结果藜芦碱平均含量为 2.38mg/贴, *RSD* = 2.01%。

2.7 重复性试验 取同一批样品, 依法制备 5 份供试液, 依法测定, 结果藜芦碱平均含量为 2.35mg/

贴, $RSD = 2.62\%$

2.8 回收率试验 取不同批号的已知含量的样品各 1 贴, 分别加入一定量的藜芦碱对照品, 依法提取分离, 测定回收率。结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

NO	原有量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
1	2.57	2.01	4.54	98.0	99.2	2.22
2	2.44	2.11	4.53	99.0		
3	2.65	2.09	4.75	100.5		
4	2.24	1.95	5.12	96.4		
5	2.31	1.87	4.22	102.1		

结果表明, 本法具有良好的回收率。

2.9 样品测定 分别吸取供试品溶液 2 μ l, 对照品溶液 1 μ l 与 3 μ l 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 测定。结果测定三批降压贴膜, 藜芦碱含量分别为: 2.22 mg/ 贴($n = 3, RSD = 2.45\%$); 2.62 mg/ 贴($n = 3, RSD = 2.07\%$); 2.39 mg/ , 贴($n = 3, RSD = 2.17\%$)。

3 小结

采用将贴膜剪碎, 超声提取的方法, 排除了贴膜中基质的干扰, 经过多次实验比较, 发现以 5% 酒石酸溶解超声提取物, 再碱化以氯仿萃取, 很好地排除了处方中其它成分对测定的干扰, 且回收率结果完全符合要求。