

高效液相色谱法测定辛荑贴片中吴茱萸次碱的含量

厉英光, 李凌军, 田景奎* (浙江大学中药科学与工程学系, 杭州 310028)

摘要:目的 建立辛荑贴片中吴茱萸次碱的 HPLC 测定方法。方法 采用 ZORBAX SB- C₁₈ 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 甲醇-水-冰醋酸 (60:40:0.1) 为流动相, 流速 1.0 mL · min⁻¹, 检测波长为 343 nm。结果 吴茱萸次碱线性范围为 10.66 ~ 106.0 μg · mL⁻¹ ($r=0.999\ 9$), 平均回收率为 99.6% (RSD 为 1.50%)。结论 本方法简便、快速、准确, 适用于用辛荑贴片的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 辛荑贴片; 吴茱萸次碱

中图分类号: R917.101; R943.3

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2007)04-0322-02

Determination of Rutaecarpine in Xinyu Tiepian by HPLC

LI Ying-guang, LI Ling-jun, TIAN Jing-kui* (Department of Chinese Medicine Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the determination of the rutaecarpine in Xinyu Tiepian. **METHODS**

The ZORBAX SB-C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used with the mobile phase of methanol-water-glacial acetic acid (60:40:0.1). The flow rate was 1.0 mL · min⁻¹ and the detection wavelength was 343 nm. **RESULTS** The linear range of the method was 10.66 ~ 106.0 g · mL⁻¹ ($r=0.999\ 9$). The average recovery was 99.6% (RSD was 1.50%). **CONCLUSION** This method is simple, rapid and accurate. It can be used for the quality control of Xinyu Tiepian.

KEY WORDS: HPLC; Xinyu Tiepian; rutaecarpine

辛荑贴片由吴茱萸、细辛药材组成, 是治疗口疮, 复发性口疮的有效方剂。吴茱萸含有效成分吴茱萸碱和吴茱萸次碱, 具有镇痛抗炎、抗溃疡等作用^[1]。为确保疗效, 采用高效液相色谱法测定吴茱萸中吴茱萸次碱的含量, 为该制剂质量控制提供可行的方法。

1 仪器与试剂

Waters2695 高效液相色谱仪, 2996 二极管阵列检测器 (美国 Waters); METTLER AE240 电子天平 (10 万分之一); KQ250-B 型超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司)。

辛荑贴片 (研究所自制, 批号 050409, 050501, 050502); 吴茱萸次碱对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 0801-9702); 甲醇 (色谱纯), 水为重蒸馏水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: ZORBAX SB- C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-冰醋酸 (60:40:0.1); 流速: 1.0 mL · min⁻¹; 检测波长: 343 nm; 理论塔板数按吴茱萸次碱峰计算应不低于 7000。

2.2 线性范围考察

精密称取吴茱萸次碱对照品 10.66 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量超声溶解并稀释至刻度, 摇匀, 得对照品储备液; 精密吸取对照品储备液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL,

分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别进样 10 μL, 测得峰面积。以峰面积为纵座标, 浓度 (μg · mL⁻¹) 为横座标作线性回归, 回归方程: $Y = 77\ 129X + 109\ 530$, $r = 0.999\ 9$ 。线性范围为 10.66 ~ 106.0 μg · mL⁻¹。

2.3 专属性试验

按处方工艺要求, 制备不含吴茱萸的阴性样品, 按“2.8”项下方法测定。由色谱图可知: 其他成分对吴茱萸次碱测定无干扰。

2.4 精密度试验

取浓度为 21.32 μg · mL⁻¹ 的对照品溶液, 连续进样 6 次, 每次进样 10 μL, 所得峰面积 RSD 为 1.54%。

2.5 重复性试验

取同一批样品 (050409) 6 份, 分别按“2.8”项下方法测定, 求得平均含量为 1.369 mg · g⁻¹, RSD 为 1.40%。

2.6 稳定性试验

取同一份供试品溶液, 分别于 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 进样, 记录峰面积, RSD 为: 0.3%。

2.7 回收率试验

取已知含量的同一批样品 (050409) 约 0.15 g 9 份, 精密称定, 加入对照品溶液适量, 分别按“2.8”项下方法测定, 结果见表 1。

2.8 样品测定

表1 回收率测定结果($n=9$)

Tab 1 Results of recovery tests($n=9$)

样品中 含量/mg	加入量 /mg	测得值 /mg	回收率 /%	平均 回收率/%	RSD/%
0.2056	0.1599	0.3646	99.44		
0.2033	0.1599	0.3605	98.31		
0.2025	0.1599	0.36291	100.99		
0.2096	0.2025	0.4141	102.07		
0.2048	0.2025	0.4115	102.07	99.6	1.5
0.2110	0.2025	0.4135	100.00		
0.2089	0.2452	0.4477	97.39		
0.2034	0.2452	0.4488	100.08		
0.2060	0.2452	0.4468	98.20		

取本品5片,置小烧杯中,60℃水浴加热熔化,取出,在不断搅拌下冷却至室温,取约0.3 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇20 mL,密塞,超声处理10 min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液10 μL进样分析,结果见表2。

表2 样品测定结果($n=3$)

Tab 2 Results of sample determination ($n=3$)

批号	含量/(mg/片)	RSD/%
050601	0.794	1.9
050501	0.824	1.6
050502	0.839	1.2

3 讨论

经二极管阵列检测器光谱扫描,吴茱萸次碱最大吸收波长为343 nm,故检测波长选343 nm。曾选用乙腈-水^[2]、乙腈-水-四氢呋喃-乙酸^[3]、水-甲醇-乙腈^[4]、甲醇-水^[5]流动相系统试验,结果用甲醇-水-冰醋酸(60:40:0.1)为流动相时,分离效果好。

曾对样品超声提取时间进行考察,结果表明甲醇超声10 min本品基质易溶于甲醇,通过试验,供试品加甲醇超声10 min即可提取完全。

参考文献

[1] DAI Y Y, LIU B L, DOU C G. Research review on pharmacological action of active ingredient of *evodia rutaecarpa* (Juss.) benth [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2003, 26(4): 295-298.

[2] ZHANG J, ZHANG F, JIANG Li, *et al.* Determination the content of evodiamine and rutaecarpine in Zuojin Bolus by HPLC [J]. *J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2003, 28(12): 1193.

[3] Chp(2000) Vol I (中国药典2000年版.一部)[S]. 2000: 136.

[4] ZHEN P, WANG Z B, BAI X M, *et al.* Determination of evodiamine and rutaecarpine in *Evodia rutaecarpa* (Juss.) [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2004, 26(3): 227-229.

[5] ZHANG X X, DUAN Y J, GUO S S. Study of quality standards of *Yiweikang granules* (Fructus *Evodiae*) [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1998, 20(10): 11-14.