

高效液相色谱法测定异叶马交儿根中葫芦素B的含量

北京医科大学药学院 (100083)

黄璐琦 姚三桃*

异叶马交儿根是葫芦科 *Melothria heterophylla* (Lour.) Cogn. 植物的根, 具有清热除湿、拔毒生肌的作用。据报道, 葫芦素B成分能使人恶心、呕吐。为安全用药, 我们采用了高效液相色谱法对葫芦素B的含量进行了分析, 方法灵敏, 结果准确可靠。

1 仪器及测试条件

岛津LC-3A型液相层析仪, SPD-2A型紫外分光检测器, C-E1B型数据处理机, SIL-1A型进样器。

固定相: Zorbax ODS (7 μ m), 高压匀浆填充于25cm $\times$ 4mm不锈钢柱; 流动相: 甲醇-水(70:30), 流速1.0ml/min; 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 检测波长228nm, 记录纸速度4mm/min, 灵敏度: 0.04AUFS。

2 试剂和样品

甲醇优级纯, 水Milli-Q超纯水, 葫芦素B(cucurbitacin B)对照品由天津药物研究院提供, 异叶马交儿根采自云南路西。

3 线性范围和校正因子测定

准确配制葫芦素B对照品的甲醇溶液, 浓度为0.04mg/ml, 用10 μ l微量注射器进样0.6、0.8、1、2、3、4 μ l, 求出葫芦素B校正因子的平均值为4.050; 同时以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 求其回归方程为 $Y = 443.76 + 239202.69X$, $r = 0.9998$, 线性关系良好。

4 样品提取方法比较

精密称取60目生药粉末3g左右, 分别用甲醇回流提取11h, 冷浸3d, 超声振荡30min, 3种方法

的结果葫芦素B含量分别为0.04439%, 0.04316%, 0.04260%。可见以振荡提取, 具快速、简便的优点, 故拟定生药的测定方法如下:

精密称取生药粉末(60目)约2g, 置50ml锥形瓶中, 准确加入甲醇20ml, 称重, 超声振荡30min, 补充超声过程中损失的溶剂至原重, 混匀, 过滤, 初滤液弃去, 取续滤液供含量测定。用微量注射器进样测定, 由数据处理机计算含量, 结果为0.04229%

5 重复性测定

取3 μ l同一浓度的含对照品的甲醇溶液, 在所确定的HPLC条件下, 连续进样8次, 根据打印出的峰面积, 计算变异系数为1.9。

6 加样回收率

取粉末1g, 精密称定, 加0.08 μ g/ml的对照品甲醇液10ml, 再加入甲醇10ml, 按“生药测定方法”操作, 其平均回收率为99.5%。

7 讨论

7.1 首次报道了异叶马交儿根中葫芦素B的高效液相含量测定方法。以葫芦素B的最大吸收228nm为检测波长, 线性范围在0.024~0.16 μ g之间, 本法具有快速、灵敏、准确的优点。

7.2 以在反相色谱中常用的流动相甲醇和水为基础, 试验了3种不同配比的系统: 甲醇-水(50:50), 甲醇-水-醋酸(60:40:0.01), 甲醇-水(70:30)。结果表明甲醇-水(70:30)系统分离效果好, 并且保留时间短。

(1994-01-17收稿)

第十期中医、第五期兽医函授大专班招生

为便于具有初、中级职称的中医、兽医工作者深造和对城乡待业青年就业前进行岗位培训, 经省教委批准, 中医、兽医函授大专班继续向全国常年招生, 随报随学, 详情见招生简章。凡具有中学以上文化程度者均可报名。报名费叁元, 款到寄给招生简章和入学登记表。

通信处: 安徽合肥市五里墩邮政9-901信箱于毅江收。联系人何仁勋, 电话562566转626。

邮政编码230031

*中国中医研究院中药研究所