

表 野芙蓉种籽油中 VE 活体含量(mg/100g)

	α -	β -	γ -	δ -
正相色谱	18.44	6.28	4.32	9.15
反相色谱	19.62	7.14	4.88	7.22

从图中维生素 E4 种活性结构看,由于苯环上甲基个数及位置不同,分子极性不同,极性排列顺序为 $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \gamma \rightarrow \delta$ 依次增强。

从分子空间体积来看, $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \gamma \rightarrow \delta$ 依次变小。根据反相色谱原理,分子极性小,空间体积大的物质在色谱柱上保留值大,因此出峰顺序应是 $\delta \rightarrow \gamma \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ 。正相色谱的保留机理与反相色谱相反,其出峰顺序应是 $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \gamma \rightarrow \delta$ (图 1、图 2)。

Determination of the Content of Four Active Factors of Vitamine E in Oil of Running Mallow (*Malva rotundifolia*)

Wang Wenzhi

Analysis and determination of the content of four active factors of Vitamin E in *Malva rotundifolia* oil were carried out by normal and reverse phase HPLC. The retention mechanism on the normal and reverse phase columns of the four active factors was studied.

参考文献

- 1 中国林科院分析中心. 现代实用仪器分析方法. 北京: 中国林业出版社, 1984
- 2 祁耀年, 等. 沙棘. 1995, 8: 1

高效液相色谱法测定复方制剂中阿魏酸和川芎嗪

北京医科大学

实验药厂(100083)
重点实验室

张立坤* 陈新旺
邹安庆

摘要 用 RP-HPLC 同时测定复方制剂中阿魏酸和川芎嗪的含量, 用 C_{18} 柱, 甲醇-水(含 1% 冰醋酸)为流动相, 检测波长 280nm, 外标法定量。

关键词 HPLC 阿魏酸 川芎嗪 当归 川芎

《补阳还五汤》成方是由当归、川芎等数味药组成, 具有活血化瘀的作用, 其中当归、川芎的有效成分均含阿魏酸, 川芎中含有川芎嗪, 国内外文献均有报道用 HPLC 方法测定样品中的阿魏酸^[1~5]和川芎嗪^[6,7]的方法。为测定《补阳还五汤》方中有效成分的含量, 本文研究同时测定复方制剂中的阿魏酸和川

芎嗪的含量, 比分别单独测定要简便、省时。

1 实验方法与结果

1.1 仪器, 试剂和药品: 仪器: Varian 5500 高效液相色谱仪, DS651 数据处理仪, 试剂均为分析纯, 水为重蒸去离子水。

标准品: 阿魏酸、盐酸川芎嗪(中国药品生物制品检定所); 样品: 医院药剂科提供。

* Address: Zhang Likun, Experimental Factory, Beijing Medical University, Beijing

1.2 色谱条件:色谱柱:YWG C₁₈(30cm×4.6mm)北京分析仪器厂填装。流动相:甲醇-水(1%醋酸)=35:65(pH=4),检测波长:280nm。

1.3 标准曲线的制备:精密称取阿魏酸标准品 5.03mg 与盐酸川芎嗪 8.9mg, 分别以甲醇各定容至 10ml。再精密量取阿魏酸标准液:0.6,0.8,1.0,1.2,1.4ml 分置 10ml 容量瓶中。量取盐酸川芎嗪标准液:0.1,0.2,0.3,0.4,0.5ml 分置上述 10ml 容量瓶中。分别以甲醇稀释至刻度,在上述色谱条件下,进样 10μl,记录色谱图(见图中左)。由峰面积对相应浓度直线回归。阿魏酸在 20.1~70.5μg/ml 浓度范围内回归方程为 Y=57.51+413X,相关系数 r=0.9974。盐酸川芎嗪在 8.92~44.6μg/ml 浓度范围内回归方程 Y=41+308X,相关系数 r=0.9922。

1.4 样品测定:精密量取样品 2ml,置分液漏斗中用二氯甲烷提取二次(15 和 10ml)合并提取液加 1mol/L HCl 甲醇液适量混匀,pH 约 1.3。置水浴(约 45℃)上蒸干残渣,用 2ml 甲醇溶解为供试品。进样 10μl 记录色谱图(见图中右),由回归方程计算结果,样品含量测定结果见精密度试验。

1.5 加样回收试验:取已知含量的样品 2ml 两份,分别加入一定量的阿魏酸和盐酸川芎嗪标准液,依法提取测定,计算回收率。(见表)

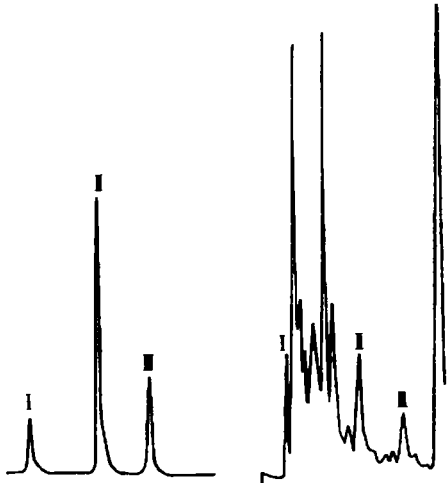


图 色谱图

左-标准品 右-样品 I-溶剂 II-阿魏酸 III-盐酸川芎嗪

1.6 精密度和最小检测限测定:取 2ml 样品依法测定 5 次。结果:阿魏酸为:34.3μg/ml,RSD=2.8%(n=5);川芎嗪为:14.8μg/ml,RSD=3.3%(n=5)。最小检测限:阿魏酸为 4.3μg,川芎嗪为 3.7μg。(S/N=2)。

2 讨论

2.1 检测波长的选择:经紫外扫描测得,阿魏酸 λ_{max}=322nm 在 280nm 也有较大吸收。盐酸川芎嗪 λ_{max}=280nm,因考虑样品中阿魏酸的含量大于川芎嗪的含量,为同时检出二者选用 280nm 为检测波长。

2.2 流动相的选择:阿魏酸为酸性化合物,流动相中加入适量醋酸较为合适,而川芎嗪为碱性化合物,在酸性中会成盐,有拖尾现象,但在酸性中对样品的分离较好,所以选用

表 回收率试验结果

阿魏酸 加入量 μg/ml	样品中 含量 μg/ml	实测 总量 μg/ml	回收率 %	平均回 收率%	川芎嗪 加入量 μg/ml	样品中 含量 μg/ml	实测 总量 μg/ml	回收率 %	平均回 收率%
35.2	34.3	67.20	96.6	101.9	20.9	14.8	33.0	92.53	94.76
35.2	34.3	72.4	104.2		20.9	14.8	24.6	96.98	

酸性流动相,适当调节甲醇和水的比例,可以与样品中其它杂质很好分离。

2.3 萃取方法的考虑:阿魏酸和川芎嗪均可直接用乙酸乙酯、二氯甲烷萃取,但蒸干溶剂时因川芎嗪易升华而丢失,故在萃取液上加

入盐酸使其成盐则损失较少。我们曾比较乙酸乙酯及二氯甲烷的萃取结果,发现二氯甲烷较好。阿魏酸用二种溶剂萃取,结果基本一致,川芎嗪用二氯甲烷萃取后酸化比乙酸乙酯萃取结果约高 10%。(下转第 249 页)

论中药水蛭生用

黑龙江省鸡西市药品检验所(158100)

宋宝鹏 赵慧敏

黑龙江省鸡西市人民医院

王志光

水蛭始载于《神农本草经》,列为下品。《神农本草经》载:味咸、平,主逐恶血、瘀血、月闭,是经典的破血逐瘀类中药。因部分本草及当代药典皆言其有毒,而水蛭腥气味又太重,易引起恶心难服,中医临床中多用炮制品。但自20年代起张锡纯主张水蛭生用,他在《医学衷中参西录》中指出:“此品纯系水之精华生成,故最宜生用,甚忌火炙……。”当代也有许多临床报道认为水蛭生用力专效宏,制后效减,对大量因瘀血所致的疑难杂症用药安全、疗效确切,已引起医药界的关注。

水蛭属高度特化的环节动物,目前已知全世界共有300多种,我国分布有62种^[1],中国药典(1990年版)记载为水蛭科动物蚂蟥 *Whitmania pigra* Whitman、水蛭 *Hirude nipponica* Whitman 或柳叶蚂蟥 *Whitmania acranulata* Whitman 的干燥体。

水蛭是否有毒,古今记载不一。《神农本草经》未言其有毒。《名医别录》言“有毒。”《本草经疏》言“大毒。”《中药大辞典》及高等医学教材《中药鉴定学》、《中药炮制学》和中国药典(1990年版)皆言其“有毒”。而《神农本草经百种录》、《医学衷中参西录》及当代许多临床报道皆言其无毒,动物实验也未证实水蛭有毒。家兔和大白鼠的亚急性毒性实验证明:无心、脑、肝、肾等实质性脏器的损害,红血球和体重也无异常变化^[2]。将水蛭(蚂蟥)粉末在80℃水浴中温浸2次以后,浓缩成1.3g/ml的浓度,24h内分别给对照组及样品组小鼠灌胃3次,每次0.2ml/10g,给药剂量相当于药典规定成人量3g/d的200倍;给药后观察一周,小鼠活动、粪便、毛色正常,无死亡。一周内体重增长4~6g,与对照组无差异。依目前临床水蛭成人量3~10g/d计,其安全倍数为1656~500

参考文献

- 13 Shimada K, et al. Chem Pharm Bull, 1984, 32(11): 4396
- 14 Shimada K, et al. Chem Pharm Bull, 1985, 33(7): 2726
- 15 Lin Chun-Nan, et al. 生药学杂志(日), 1984, 38(2): 175
- 16 金向群, 等. 中草药, 1992, 23(3): 117
- 17 C A, 1992, 117: 26879c
- 18 森下倍一, 他. 国外医学中医中药分册, 1987, 9(2): 42
- 19 解景田, 等. 中国药理学报, 1988, 9(6): 536
- 20 Shimoni Y, et al. Nature, 1984, 307(26): 360
- 21 Shimada K, et al. J Pharmacobio-Dyn, 1985, (8): 1054
- 22 Stolz V. Biochem Biophys Acta, 1980, 721(3): 239
- 23 陈立, 等. 中药药理与临床, 1994, 10(2): 21
- 24 金毅, 等. 吉林中医药, 1992, (专刊): 80
- 25 孙英莲, 等. 长春中医学院学报, 1993, (9): 116
- 26 金毅, 等. 长春中医学院学报, 1993, (9): 57
- 27 朱天忠. 浙江中医杂志, 1987, (12): 565
- 28 刘庆增. 中成药研究, 1985, 7(7): 45
- 29 沈幼棠. 中药通报, 1986, 11(9): 50
- 30 久保道德. 生药学杂志, 1984, 38(1): 59
- 31 解景田, 等. 中国药理学报, 1985, 6(3): 169
- 32 解景田, 等. 中国药理学报, 1985, 6(4): 254
- 33 韩水晶, 等. 中国药理学与毒理学杂志, 1990, 4(1): 71
- 34 李安国, 等. 湖南中医学院学报, 1986, 6(4): 52
- 35 贺石林, 等. 中药药理与临床, 1985, 1(创刊): 129
- 36 韩水晶, 等. 中国药理学报, 1986, 7(4): 314
- 37 韩水晶, 等. 药学报, 1992, 27(4): 252
- 38 孙关林, 等. 中西医结合杂志, 1984, 4(5): 297
- 39 祝银海, 等. 中西医结合杂志, 1989, 9(1): 29
- 40 许长照, 等. 中医杂志, 1981, 22(8): 37
- 41 姚振环, 等. 上海免疫学杂志, 1987, 7(2): 96
- 42 金其泉, 等. 蚌埠医学院学报, 1982, 7(3): 167
- 43 王德昌, 等. 药学报, 1980, 15(9): 426
- 44 周激文, 等. 云南医药, 1989, 10(5): 305

(1995-06-01 收稿 1995-11-30 修回)

(上接第214页)

参考文献

- 1 孟彦, 等. 中成药, 1995, 17(3): 10
- 2 黄京玉, 等. 中成药, 1991, 13(8): 11
- 3 陈汉平, 等. 中草药, 1988, 19(10): 15

- 4 Kuninori T, et al. J of Chromatogr, 1986, 362: 255
- 5 Pussayanawin V, et al. J of Chromatogr 1987, 391: 243
- 6 蔡伟, 等. 药学报, 1989, 24: 881

- 7 赵志春, 等. 中国中药杂志, 1991, 16(12): 729

(1995-08-14 收稿)