

的检测波长。曾有文献报道,选用 220nm^[7]和 275nm^[8]作为检测波长,但本实验中曾作了用此波长为检测波长,但均没有 264nm 处好。

3.4 根据以上实验结果,并参照 WHO 和 FAO 在 1985 年推荐的瑞毒霉在农作物上的最大残留量标准(MRL)在 0.1~0.5μg/g,结合南洋金花在中药制剂与配伍中的应用情况,建议在白花曼陀罗上最后一次使用瑞毒霉(使用量为 1kg/ha)到收获的安全间隔期为 15d。

参 考 文 献

1 Speck M,et al. J Chromatogra,1980,200:313
2 Francesco T,et al. J Agric Food Chem,1981,29:1296
3 Caverly D J,et al. Analyst,1981,106:389
4 Getzin L W,et al. J Assoc Off Anal Chem,1989,72:361
5 Vuik J,et al. J Agric Food Chem,1989,37:88
6 El-Yasery I I,et al. Arab J Plant Prot,1991,9:23
7 Lopez L F,et al. J Agric Food Chem,1989,37:684
8 Khazanchi R,et al. Int J Trop Agric,1989,7:129
9 CA,60:7870c
10 沈一行,等. 中药材,1993,16(3):7

(1995-12-21 收稿)

Studies on the Dispelled Dynamics of Metalaxyl in Hindu Datura(*Datura metel*)

Zhang Shuming,Chen Jiangmin,Song Hongtao,et al

Dispelled dynamics of metalaxyl in both leaves and flowers of *Datura metel* L. were studied by Rp-HPLC. ODS-C₁₈ was used as the column with MeOH-H₂O(6:4)as the mobile phase at a detection wavelength of 264nm. The limit of detection of metalaxyl was 2.56×10^{-9} g,while the samples were purified through a small silica gel column. The added recovery rates of metalaxyl in these samples were 73.56%~75.56%. RSD was 0.48%~3.27%. The dispelled equation and the half-life time of metalaxyl in leaves and flowers were $C = 64.4131e^{-0.2119t}$, 3.27 days and $C = 194.3163e^{-0.4743t}$, 1.46 days respectively.

根痛平片中葛根素的含量测定

北京医科大学实验药厂(10083) 张世勤* 李树琦 胡长风 柳 林

摘 要 应用 HPLC 法测定根痛平片中葛根素的含量,作为控制该制剂质量的方法。
关键词 HPLC 根痛平片 葛根 葛根素

根痛平片是治疗颈椎病较为有效的药物,由牛膝、葛根、伸筋草、红花、乳香、没药等多味中药组成。其功能是祛风止痛,养血活血,可以治疗由于颈椎病引起的颈部痛、肩臂痛、坐骨神经痛,以及各种原因引起的神经根痛病。组方中的葛根在治疗颈项强痛方面起着很重要的作用,其主要成分为葛根素,因此测定葛根中的葛根素含量,对控制根痛平片

的质量是有着十分积极的意义的。

1 仪器与试剂

美国 SP 公司 P4000 型高效液相色谱仪,FOCUS 紫外检测器,SP386E 色谱工作站,甲醇为优级纯,双蒸水由北京医科大学提供,EDTA 及磷酸氢二钠均为分析纯,葛根素为中国药品生物制品检定所提供,根痛平片为北京医科大学实验药厂生产。

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

2 液相色谱条件

ODS C₁₈ 不锈钢色谱柱(4.6×250mm), 流动相甲醇-水(25 : 75), 水为(50mgEDTA +15. 6g Na₂HPO₃ 溶至 1000ml 双蒸水)的混合溶液,检测波长 305nm,进样量 10μl,流量 1ml/min,在上述色谱条件下得到图。即根痛平样品、葛根素对照品及缺葛根的根痛平空白对照品的液相色谱对比图。

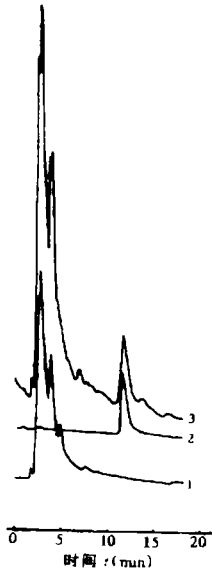


图 根痛平样品色谱图
1-空白对照 2-葛根素 3-根痛平

3 线性考察

精密称取葛根素对照品约 2.5mg,置 25ml 容量瓶中,加入甲醇 5ml 使其溶解,并用双蒸水稀释至刻度,混匀。精密移取上述标准溶液各 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0ml 分别置 10ml 容量瓶中,用双蒸水定容至刻度,混匀。按上述色谱条件测定相应的峰面积,以葛根素对照品的浓度 C 对峰面积 A 进行回归处理。得回归方程为: A=2.31255E-58404.8, r=0.993247,线性关系良好,见表 1。

4 样品测定

取根痛平片刮去糖衣,将片心研碎,精密称取 0.6g,加双蒸水 10ml,超声振荡提取 1h,取下,离心 10min(4000r/min),精密移取

表 1 标准曲线制备表

序号	移取标液体积 (ml)	定容体积 (ml)	标液浓度 (mg/ml)	平均峰面积
1	1.0	10	0.01064	195237
2	1.5	10	0.01596	282883
3	2.0	10	0.02128	447202
4	2.5	10	0.02660	582788
5	3.0	10	0.03192	660424

离心液 3.0ml,于 25ml 容量瓶中,用双蒸水稀释至刻度,混匀,为样品供试液,取该液 10μl 进样,测定根痛平片中葛根素含量。结果见表 2。按根痛平处方比例及制法制成不含葛根的供试品,按样品项下进行处理,为空白对照品。

表 2 根痛平片中葛根素含量测定结果

批号	取样量 (g)	平均积分面积	葛根素含量 (mg/片)	RSD (%)
9206162	0.61620	400964.5	0.7997	1.54
941208	0.60880	498137	0.9891	1.36
941101	0.61955	455570	0.8964	0.03

5 回收率实验

精密称取已测定葛根素含量的根痛平片心约 0.3g 共 4 份,分别加入不同浓度葛根素对照液各 5ml,按上述样品含量测定方法操作。(注:最后定容 10ml),按加入量计算回收率,结果 $\bar{x}$ 94.99%,RSD=1.99%(n=4)。

6 讨论

检测波长的选择:葛根素在 250nm 和 305nm 两个波长下均有最大吸收,结果选用 305nm 为检测波长,消除了样品中葛根素前后峰的干扰,分离效果好。

流动相的选择:在流动相中加入 EDTA 和磷酸氢二钠,对葛根素的保留时间影响很大,并对分离效果也有一定影响,实验确定在流动相中的水相中加入适量的 EDTA 和磷酸氢二钠,可以使葛根素得到较理想的保留时间和较好的分离效果。

(1996-02-26 收稿)