

的提出率随提取时间的延长而提高,再延长时间提出率基本相同,当处理 1 h 时,提出率再无增加。而用热碱煮沸方法时,在浸泡 30 min 后,再煮沸 20 min,提出率最高,再增加煮沸时间,芦丁因热而受破坏,提出率反而降低。

表 2 超声提取与热碱煮沸不同时间得芦丁提出率的比较

提取时间 (min)	热碱煮沸			超声提取		
	吸收度	含量 (mg/mL)	提出率 (%)	吸收度	含量 (mg/mL)	提出率 (%)
10	0.296	1.2831	12.83	0.367	1.5991	15.99
20	0.344	1.4968	14.97	0.455	1.9907	19.91
30	0.324	1.4077	14.08	0.504	2.2088	22.09
40	0.304	1.3187	13.19	0.506	2.2177	22.18
50				0.508	2.2266	22.27

4 两种提取方法所得成分的比较

为了进一步考查超声提取芦丁是否有变化,以热碱提取-酸沉淀法提取芦丁作对照,用瑞士 AC-80 型核磁共振波谱仪测其氢谱进行分析比较,结果表明两种提取法所得的图谱一致,说明用超声提取不破坏芦丁成分的结构。

槐米中所含成分复杂,我们用超声提取法仅对槐米中的芦丁成分的影响进行了初步实验,以便和热碱提取作比较,对于其他成分提出率的影响,有待进一步探讨。

参考文献

1 林启寿. 中草药成分化学. 北京: 科学出版社, 1977. 343
2 湖南 415 医院药局. 中草药通讯, 1977(10): 21
3 王昌利, 等. 中成药, 1993, 15(2): 7

(1995-11-13 收稿)

益母草中水苏碱的含量测定

天津中药集团检测中心(300050) 刘静红 李 静 王淑芳

益母草 *Leonurus heterophyllus* Sweet 常用作活血化瘀药物, 主要含益母草碱和水苏碱。应用大孔树脂柱处理或溶剂净化提取技术, 处理所得样品液点于硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-盐酸-乙酸乙酯(4 : 1.5 : 0.5) 为展开剂, 用碘化铋钾试剂显色, 直接用双波长薄层扫描法测定水苏碱含量, 回收率 96%, 变异系数 1.4%。

1 药品与仪器

对照品: 水苏碱(中国药品生物制品检定所提供), 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂), 显色剂: 碘化铋钾试剂, 双波长薄层扫描仪: CS-9000(岛津)。

2 薄层定性

薄层板为硅胶 G, 展开剂为正丁醇-盐酸-乙酸乙酯(4 : 1.5 : 0.5), 上行展开, 碘化铋钾试剂显色。

3 方法

取样品提取液 5 μ L 点于薄层板上, 随行对照品, 置层析缸中用上述条件展开, 显色, 结果见图 1。

4 定量

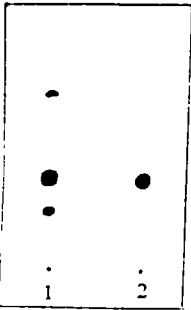


图 1 样品层析图

1-益母草提取液 2-水苏碱标准液

4.1 生物碱的提取: 准确称取益母草粉(40 目) 2.0 g 置索氏提取器中, 加乙酸乙酯 50 mL 加热回流 4 h, 过滤, 再在残渣中加 1% 盐酸甲醇回流约 4 h(提取液经薄层检查无生物碱反应为止), 提取液浓缩后残渣中定量加入 5 mL 蒸馏水, 置水浴上加热 5 min 后过滤, 再定量吸取滤液 2 mL 浓缩后加甲醇定容至 5 mL, 作为供试品液。

大孔树脂法: 取益母草粉(40 目) 1.0 g, 加

0.5%盐酸乙醇回流提取至提取液经薄层检查无生物碱反应为止。提取液浓缩至一定量与树脂搅拌,装柱,用80%乙醇洗脱,洗脱液浓缩后用甲醇定容至5 mL,作为供试品溶液。

4.2 测定法:此类生物碱与碘化铋钾试剂定量反应后,用薄层扫描法作定量测定。

4.3 测定条件:双波长反射锯齿扫描法, $\lambda_R=700\text{nm}$ $\lambda_S=510\text{nm}$,散射参数:Sx3。

4.4 标准曲线的绘制:标准溶液的配制:精密称量水苏碱标品10 mg,置10 mL容量瓶中用甲醇溶解并稀释至刻度,作为对照品溶液。

准确吸取不同剂量的标准溶液点在薄层板上,用上述展开剂展开,取出晾干后喷显色剂,用洁净玻片覆盖并密封,按上述条件测定。以标准溶液的量为横坐标,斑点面积为纵坐标作图,可得一直线,在2~10 μg 范围内呈线性关系。

$$M=2.717\times10^{-5}A+0.27398,r=0.9999。$$

4.5 生物碱斑点显色后的稳定性:按上述方法点样、展开及显色,观察测定生物碱色点不同时间的面积积分值的变化情况,结果色点在显色90 min内稳定,RSD=1.29%。

4.6 精密度试验:在薄层板上点6个同样浓度和体积的标准溶液样品,展开,显色及测定面积积分值。结果变异系数为2.29%。

4.7 回收率试验:采用加样回收法,精密称取已知含量的生药粉,分别精密添加水苏碱2.0 mg,按溶剂净化法提取,点样,显色,随行标准溶液,测定并计算回收率为96%,变异系数为1.4%。

5 生药分析

在薄板中间点上对照品溶液作随行标准,其余点一定量供试品溶液按上述方法进行展开,显色,测定,与标准品比较计算水苏碱的含量。结果见表1。

表1 薄层扫描法与药典法测定益母草中水苏碱结果

方法	益母草中水苏碱含量(%)		益母草汁中 水苏碱量(%)
	1批	2批	
净化提取 TLC 法	0.48	0.76	
大孔树脂 TLC 法	0.46	0.72	2.02
药典法	0.53	0.79	2.19

6 讨论

6.1 益母草中的生物碱为水溶性生物碱,在供试品处理中采用大孔树脂法及溶剂净化提取法结果相似。

6.2 对益母草膏中水苏碱用药典法进行了含量测定,结果表明可用药典法测定益母草膏中生物碱的含量。测定水苏碱仅是益母草中含量高容易定量的成分。

(1996-08-13 收稿)

安徽高校联合培训部兽医函授及中医函授大专班常年招生

经省教委批准,第七期兽医函授大专班及第十二期中医函授大专班继续面向全国常年招生。使用全国高校统编教材,由专家教授辅导。详情见招生简章。凡初中以上文化程度者,可免试入学。报名费五元,邮至安徽合肥市五里墩邮政9-901信箱邱瑛收。款到寄给招生简章和入学登记表。邮编230031 电话(0551)5112949

上海市清华科技函授学院中医函授面向全国常年招生

为弘扬祖国医学,培养新型专业技术人才,本院以下专业继续面向全国招生:

1、中医专业和中西医结合专业:选用全国高等院校函授教材,各科均由专家教授执教、辅导。参加高等教育中医专业自学考试及格,国家承认其大专学历。

2、性医学与不孕症专业:学习国内外性医学精华,并以我国第一部彩色性病图谱指导临床和教学,它以数百幅国内外罕见的性病图像向您展示中国半个世纪以来的精藏珍品。

3、针灸推拿骨伤专业:以其独特的疗效,成为世界热门。教材博采众家手法技巧精华,医理精深、价值极高,且图像明了,易懂易学易用。后两专业学制一年,发钢印结业证。详见简章,汇报名费5元即寄。来函请寄200085上海085-314信箱上海市清华科技函授学院韩宇虹收 电话:(021)58554512