

4 讨论

4.1 本法采用室温破碎提取,不破坏有效成分,并且仅需 2 min 提取已基本完全,由于提取快速、充分、完全,所以提出的杂质少,色浅,且极易脱色,使得分离出的单体纯净,易结晶。因此采用破碎提取法可节省大量的时间、溶剂和能源。

4.2 分离方法与传统方法相比有改进,新方法中所用的溶剂为乙酸乙酯、石油醚,这些溶剂与传统法中所用的溶剂相比,具有无毒,无污染、安全、价廉、易得等优点,可供工业化生产参考。

4.3 采用薄层扫描法测定齐墩果酸的含量,方法简便,快速准确,结果稳定,重现性好,回收率达 97.73%。

致谢:在本研究中,本院中药系毕业实习生周小雷、李福臣、敬林林参加部分实验工作,在此一并致谢。

参考文献

- 1 孙燕,等. 中国临床药理学杂志,1988,4(1):26
- 2 CA,1969,71:28933 w
- 3 CA,1969,71:58886 a
- 4 CA,1978,89:102303 f
- 5 马英丽,等. 中草药,1993,24(4):186

(1997-06-06 收稿)

HPLC 法测定马钱子及伤科七味片中 土的宁和马钱子碱的含量

辽宁中医学院(沈阳 110032)
沈阳药科大学

张振秋* 沙明 袁昌鲁
王雅坤

摘要 采用反相高效液相色谱法,ODS 柱,以乙腈-甲醇-水-冰醋酸(40:35:25:0.5)为流动相,同时测定马钱子药材及伤科七味片中土的宁和马钱子碱的含量,数据可靠,结果准确。

关键词 高效液相色谱法 土的宁 马钱子碱

马钱子为常用中药,始载于《本草纲目》,具有通络止痛,散结消肿的功效^[1]。对其有效成分的含量测定多采用紫外光谱法^[2]和薄层扫描色谱法^[3],采用高效液相色谱法测定少见报道^[4]。伤科七味片^[5]是以马钱子为君药,配以三七、血竭等七味中药配制而成,为有效地控制产品质量,对其中土的宁和马钱子碱采用高效液相色谱法进行含量测定。

1 仪器与试药

日本岛津 LC-6A 高效液相色谱仪,SPD-6VA 可见紫外检测器,C-R 记录仪;马钱子药材经辽宁中医学院中药系鉴定;伤科七味片依法自制;土的宁和马钱子碱对照品均由中国药品生物制品检定所提供,所用试

剂乙腈为色谱纯,其它均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:ODS 柱(6.0 mm × 150 mm),检测波长 254 nm,保留时间 20 min,流动相流速 1.0 mL/min,流动相为乙腈-甲醇-水-冰醋酸(40:35:25:0.3)。

2.2 标准曲线的绘制:取土的宁、马钱子碱对照品精密称定,用甲醇分别制成每毫升含 0.05、0.06 mg 的溶液,作为对照品溶液。

精密吸取马钱子碱和土的宁对照品溶液 1、3、5、7、9 μL 分别进样,测定色谱峰面积,以土的宁和马钱子碱的量为纵坐标,色谱峰面积为横坐标绘制标准曲线,结果在此范围内均呈良好的线性关系,其回归方程土的宁

* Address: Zhang Zhenqiu, Liaoning College of Traditional Chinese Medicine, Shenyang

为 $m = 7.428 \times 10^{-7} A + 0.0182, r = 1.001$;
马钱子碱为 $m = 1.474 \times 10^{-6} A + 0.0163, r = 1.0020$ 。

2.3 马钱子及伤科七味片的含量测定:分别取马钱子粉末 0.1 g, 伤科七味片粉末 1.4 g, 精密称定, 加氯仿 20 mL、氨水 0.5 mL, 摇匀, 放置 24 h, 滤过, 滤液挥尽氯仿, 加甲醇溶解并稀释至 5 mL 量瓶中, 分别作为马钱子和伤科七味片的供试品溶液。

精密吸取各供试品溶液 5 μ L, 注入高效液相色谱仪, 测定色谱峰面积, 以标准曲线计算含量, 结果马钱子中含土的宁 1.05% (RSD = 1.3%), 马钱子碱 0.87% (RSD = 2.9%); 伤科七味片中含土的宁 0.101%

(RSD = 0.55%), 马钱子碱 0.083% (RSD = 1.9%)。

2.4 回收率测定: 分别精密称取已知含量的马钱子和伤科七味片粉末, 准确加入土的宁和马钱子碱对照品, 依含量测定相同方法制备、测定, 其加样回收率马钱子中土的宁 102.5% (RSD = 1.1%), 马钱子碱 100.5% (RSD = 2.9%); 伤科七味片中土的宁 102.6% (RSD = 2.1%), 马钱子碱 98.8% (RSD = 2.8%)。

3 讨论

3.1 分离度考察: 取马钱子, 伤科七味片供试品溶液, 土的宁和马钱子碱对照品溶液进样测定, 结果如图 1, 分离良好。



图 1 样品 HPLC 图

A-土的宁和马钱子碱 B-马钱子药材 C-伤科七味片 D-伤科七味片阴性液

3.2 精密度考察: 取供试品溶液连续进行 6 次测定, 其土的宁 RSD = 0.8%, 马钱子碱 RSD = 0.7% ($n = 10$)。

3.3 稳定性考察: 依测定条件间隔不同时间测定同一样品, 结果土的宁和马钱子碱均在 48 h 内稳定。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典·一部, 1995. 38
- 2 陆敏仪, 等. 中国中药杂志, 1990, 15(22): 18
- 3 徐 飞, 等. 中成药, 1992, 14(1): 18
- 4 甲川顺子. 药学雑誌, 1984, 104(1): 47
- 5 中华人民共和国卫生部. 药品标准. 中药成方制剂第四册. 1991. 72

(1997-04-02 收稿)

《国外医药—植物药分册》1998 年度征订启事

《国外医药—植物药分册》是国家医药管理局主管的专门报道国外植物药研究、生产和使用等的学术性刊物。内容包括植物药活性成分的提取、分离、测试和结构鉴定; 药理、毒理、药效、临床及构效关系的研究; 活性成分的全合成、半合成及生物合成新技术和新方法; 植物制剂的生产工艺、质量控制和新产品介绍; 药用植物栽培技术及生药学研究成果与经验; 各国民间药的开发利用及国外研究中草药的进展与动向; 药用植物在兽药、农药、保健品、饲料、化妆品等领域的应用; 植物药及植物化妆品、保健品等的最新专利以及其他国家关于植物药的管理、市场信息和“热点”课题研究题录等。内容丰富, 信息量大, 对科研、教学、生产等部门的科研选题、产品更新换代或深加工, 工艺改进, 高新技术的应用等有重要参考价值。

本刊为双月刊, 自办发行, 每期 9.50 元, 全年 60 元, 本刊还有 1991~1997 年度合订本 (1991~1995 年每本 50 元, 1996~1997 年每本 70 元), 凡订阅者可直接与本刊编辑部联系。

地址: 天津市鞍山西道 308 号, 300193 电话 (022) 27381328