

97.70%, RSD 为 3.23%。

1.10 样品测定:准确吸取供试品溶液 5 μL ,对照品溶液 2 μL 与 4 μL ,分别点于同一硅胶 G 板上,依法展开,显色扫描,测定各斑点的峰面积,用外标两点法计算含量,结果 3 批样品中苦参碱的含量为 1.94、2.17、1.76 毫克/片。

2 讨论

2.1 曾试验了用氨性氯仿与用 70%乙醇提

取样品进行比较,结果表明本实验采用的溶媒提取率高;又对超声波提取及浸泡过夜两种提取方式进行比较,结果表明,浸泡过夜的苦参碱提出率明显高于超声法。

2.2 苦参碱在薄层展开后要充分阴干,均匀地喷稀碘化铋钾溶液,盖上同样大小玻璃板,2 h 内完成扫描测定,以保证测定结果的准确性。

(1998-07-22 收稿)

Determination of Matrine in Fufangshiwei Tablet by TLCS

Dong Hairong and Yang Ying* (Chengde Traditional Chinese Medicine Group Corporation, Chengde 067000; *National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products, Beijing 100050)

Abstract Content of matrine in Fufangshiwei tablet, a compound tablet containing the Chinese herbal drugs Shiwei and Lightyellow Sophora (*Sophora flavescens* Ait.), was determined by TLCS. This method was found to be simple, quick and reproducible, with a recovery of 97.70% and RSD 3.23%.

Key words Fufangshiwei tablet TLCS determination of matrine

用大孔吸附树脂分离川芎总提物

国家中药品种保护审评委员会(北京 100021)

邓少伟*

中国药品生物制品检定所

马双成

摘要 川芎以乙醇回流提取减压浓缩,过大孔吸附树脂柱,先用水洗,再用 30%乙醇洗脱,收集 30%乙醇洗脱液,减压浓缩得川芎总提物,其中川芎嗪和阿魏酸的含量约占本品的 25%~29%以上,收率为 0.6%。

关键词 川芎总提物 提取分离 大孔树脂

川芎为伞形科植物川芎 *Ligusticum wallichii* Franch. 的根茎^[1]。川芎化学成分相当复杂,主要含具特殊臭味易挥发的油状生物碱、阿魏酸、酚性物质、挥发油及中性物质、 $\Delta\alpha$ 、 β 、 γ -不饱和内酯。此外,还含维生素 A、叶酸、甾醇、蔗糖、脂肪酸等。文献报道:川芎的总生物碱和酚性成分有较明显的扩张冠脉,增加冠脉血流量,降低心肌耗氧量,抑制 ADP 诱导的血小板的凝集,对已凝集的血小

板有解聚作用,降低血小板的表面活性等药理作用^[2]。

有较强生理活性的川芎嗪在川芎中含量为 0.01%~0.02%,阿魏酸在川芎中的含量约为 0.02%^[2]。

川芎嗪和阿魏酸总提物的提取方法多用乙醇提取,酸碱处理以及柱层析分离,但不适用于工业化生产。作者结合生产实际,对提取物中保留总生物碱以及酚类化合物的提取工

* Address: Deng Shaowei, National Committee on the Assessment of the Protected Traditional Chinese Medicine Products, Beijing

邓少伟 女,31 岁,1989 年毕业于北京中医药大学中药学院。曾在北京市东风制药厂工作,主要负责生产工艺及产品质量。现在国家中药保护品种审评委员会审评部工作。主要成就为组织研制中药四类新药“玄麦甘桔含片”,已获卫生部批准生产。

艺做了大量的研究工作,以求得到质量和收率稳定的产品。经多方面的试验研究,最终选用乙醇回流,减压浓缩,而后用大孔吸附树脂分离的方法,以提取物中川芎嗪和阿魏酸为控制指标,采用反相高效液相色谱法进行检测,可得到质量和收率稳定的川芎总提物,收率为 0.06%,其中川芎嗪约占 5%~7%,阿魏酸约占 20%~22%,川芎嗪和阿魏酸二者共占 25%~29%,试验如下。

1 大孔吸附树脂的预处理及再生

1.1 预处理:取市售大孔吸附树脂,用乙醇加热回流洗脱(或用改良索氏提取器加热洗脱),洗至洗脱液蒸干后无残留物。经乙醇洗净的树脂挥去溶剂后保存备用。

1.2 装柱:以乙醇湿法装柱,继续用乙醇在柱上流动清洗,不时检查流出的乙醇,至与水混合不呈白色混浊为止(取 1 mL 乙醇液加 5 mL 水)。然后以大量的蒸馏水洗去乙醇,备用。少量乙醇存在将会大大降低树脂的吸附力。

1.3 再生:将样品溶于少量水中加至柱的上端,也可以将样品先溶于少量乙醇中,拌入适量树脂,挥去乙醇后,再将拌有样品的树脂加到柱上。先用水,继而以乙醇-水洗脱,逐步加大醇的浓度,同时配合高效液相色谱法作指导。一般用 95%的乙醇洗脱至无色时,树脂柱即已再生,然后以大量水洗去醇,即可进行下一次的提取分离。经反复使用后,吸附树脂颜色变深,吸附效果下降时,可用 0.01%~1 mol/L NaOH(或 HCl)洗涤或浸泡适当时间,至树脂接近原颜色为宜,继用蒸馏水洗至

中性即可再用。如果柱上方沉积有悬浮物,影响流速,可用水从柱上进行反洗,以便把悬浮物顶出。经多次使用后,有时柱床挤压过紧,或树脂颗粒部分破碎而影响流速,可从柱中取出树脂,盛于一个较大容器中用水漂洗除去小颗粒和悬浮杂质,再重新装柱。大孔吸附树脂应湿态保存,若部分颗粒暴露在空气中失水,在进行水溶性杂质分离时,失水后被空气填充的颗粒会浮于水面,此时将上浮树脂用乙醇处理,将树脂内部的空气排出后使用。

2 川芎总提取物的分离

取川芎饮片,略破碎,用 95%乙醇回流提取 9 次,每次 1.5 h,溶媒用量为 8~10 倍,提取液过滤,合并滤液,减压浓缩至干,再加适量水加热使溶解,抽滤,滤液加到已处理好的大孔吸附树脂柱(干膏和树脂的比例为 1:15~20,或药材和树脂的比例为 1:2~3)上,慢慢滴加完后,先用水洗至还原糖反应呈阴性(Molish 反应),改用 30%乙醇洗至阿魏酸和川芎嗪全部洗脱完全(Rp-HPLC 法检测,检测液中无阿魏酸和川芎嗪的色谱峰),合并 30%乙醇洗脱液,减压回收乙醇至干,低温真空干燥,呈淡黄色粉末,即为川芎总提取物(含川芎生物碱类和酚类化合物),其中川芎嗪和阿魏酸二者约占本品的 25%~29%,收率为 0.6%。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典.(一部).1995:30
- 2 阴健主编:中药现代研究与临床应用.北京:学苑出版社,1994

(1998-01-19 收稿)

欢迎订阅 1999 年《中西医结合实用临床急救》杂志

《中西医结合实用临床急救》杂志系中国中西医结合学会主办的全国性杂志。该刊是我国中西医结合急救医学界权威性学术期刊,已进入国内外多家权威性检索系统。本刊为月刊,每月 25 日出版。从 1999 年 1 月起,本刊改为国际通用 16 开大版本。80 克双胶纸印刷,内容更加丰富,每期刊登稿件容量约增加 30%,定价亦作相应调整。其各期重点内容已刊登于 1998 年第 10 期《中西医结合实用临床急救》杂志(封 3)上,作者可根据各期重点,提前 5 个月投稿,以提高文章编审率。1999 年的征订工作已经开始,欢迎广大读者到当地邮局办理订阅手续。邮发代号:6-93,定价:5.2 元/期,全年 62.4 元。