

意义。

参考文献

- 1 黄泰康. 常用中药成分与药理手册. 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 368
- 2 中华人民共和国药典. 一部. 1995: 21

- 3 李克明, 等. 中国中药杂志, 1991, 19: 738
- 4 原田正敏(日). 国外医学·植物药分册, 1991, 6(1): 20
- 5 赵武述, 等. 中草药, 1990, 21: 17
- 6 赵武述, 等. 中日友好医院学报, 1991, 5: 17, 139

(1999-04-09 收稿)

中药止痛胶囊中芍药苷的 HPLC 含量测定

天津计划生育研究所(300191) 邵长风* 陈 坚 杨吉田 张 颖

摘 要 用 HPLC 法, 超声波提取, 对中药止痛胶囊中主药白芍中芍药苷含量进行测定。其平均回收率为 100.72%, 相对标准偏差为 1.23%。结果表明: 用本法测定该止痛胶囊中芍药苷含量, 结果准确、灵敏、方法简便, 且有适用性。

关键词 HPLC 中药止痛胶囊 芍药苷

Determination of Paeoniflorin in Analgesic Zhitong Capsule by HPLC

Shao Changfeng, Chen Jian, Yang Jitian, *et al.* (Tianjin Municipal Research Institute for Family Planning, Tianjin 300191)

Abstract The determination of paeoniflorin in analgesic Zhitong Capsule by HPLC was reported. The sample was extracted by ultrasonography. Chromatographic conditions: Shimadzu LC-6; column size Shim-pack CLC-ODS 150 mm × 6 mm; detection wave length, 245 nm; flow rate 1 mL/min; mobile phase methanol-acetonitril-acetic acid-water (15 : 7.5 : 2 : 75.5). The average recovery was 100.72% and RSD 1.23%. The method is simple, sensitive and gave satisfactory results.

Key words HPLC paeoniflorin analgesic Zhitong Capsule

白芍系 *Paeonia lactiflora* Pall. 多年生草本植物, 有平肝止痛、养血调经之功, 可用于头痛眩晕、胁痛、腹痛、四肢挛痛等, 芍药中芍药苷显示了较强的生理活性。新研制的中药止痛胶囊是以白芍为主要药味及其它中草药经精制而成。芍药苷在止痛胶囊中含量多少对药效起着至关重要的作用。中药止痛胶囊中芍药苷含量测定方法尚未见报道。本文采用 HPLC 法, 用超声波萃取, 对该止痛胶囊中芍药苷含量进行测定^[1,2], 其平均回收率为 100.72%; 相对标准偏差为 1.23%。表明本法测定该止痛胶囊中芍药苷含量, 结果准确、灵敏、方法简便易行。

1 仪器、试药

1.1 仪器: 日本岛津 LC-6A 高效液相色谱仪; 上海 CSF-3A 超声波发生器。

1.2 试药: 甲醇、乙腈色谱纯, 醋酸分析纯, 超纯水; 对照品: 芍药苷购于中国药品生物制品检定所; 中药止痛胶囊样品: 由天津医药科学研究所提供。

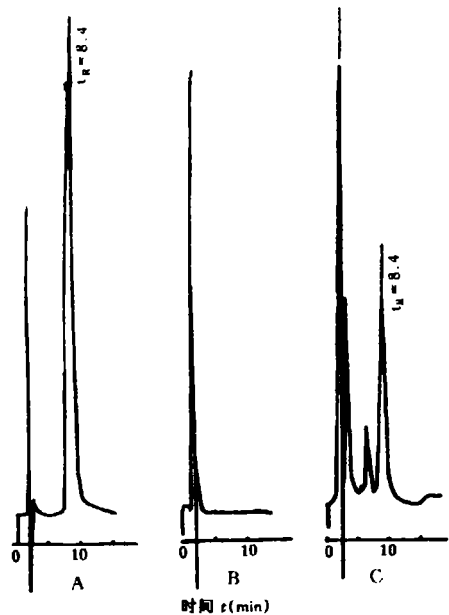
2 色谱条件

色谱柱: 岛津 Shimpack CLC-ODS 柱 (15 cm × 6 mm), 流动相: 甲醇-乙腈-醋酸-水 = (15 : 7.5 : 2 : 75.5); 检测波长: 245 nm; 流速: 1.4 mL/min; 纸速: 1 mm/min。

实验表明, 在上述选择的色谱条件下中药止痛胶囊中, 其它组分对芍药苷组分峰无干扰, 分离好, 能够满足该止痛胶囊中芍药苷

* Address: Shao Changfeng, Tianjin Institute of Planning Parenthood Research, Tianjin

含量测定的要求,结果见图 1(A,B,C)。



A-芍药苷 B-空白 C-止痛胶囊
图 1 样品色谱图

由色谱图中可见,其它组分对芍药苷主峰的保留时间与对照品(芍药苷)的色谱峰保留时间一致($t_R=8.4$ min)。

3 工作曲线制备

3.1 标准溶液配制:精称适量对照品(芍药苷),于 10 mL 量瓶中用 70% 甲醇溶解并稀至刻度,摇匀、备用。浓度为 2 mg/mL。

3.2 工作曲线制作:精密移取上述标液(2 mg/mL)1, 0.5, 0.25, 0.125 mL, 分别置入 10 mL 量瓶中,用 70% 甲醇水溶液稀释至刻度摇匀。分别在上述色谱条件下进样 20 μ L, 以芍药苷的浓度(c)为横坐标,峰高(h)为纵坐标绘图得一直线,其回归方程为 $c=0.001h-0.03$, $r=0.9999$ 。

由上述实验表明:芍药苷浓度在 0.2~0.025 mg 范围内呈线性关系。

4 重现性考察试验

精称 3 份相同量的芍药苷与适量的空白样品,分别置入 10 mL 量瓶中,加入适量 70% 甲醇,超声波提取 1 h,取出放至室温后,用 70% 甲醇水稀至刻度、摇匀,待用。分

别精取上述液 1 mL,于 10 mL 量瓶中用 70% 甲醇水稀至刻度、摇匀,取适量于 1.5 mL 小离心管中,在高速离心机 1 2000 r/min 下离心 2~3 min,取出吸取上清液 20 μ L 进样,测得重现性实验结果 $RSD=0.89\%$ 。

试验表明:芍药苷含量测定重复性较好,能够满足止痛胶囊中芍药苷含量测定要求。

5 回收率及精密度试验

精称对照品(芍药苷)适量及空白样品适量于 10 mL 量瓶中,加入适量 70% 甲醇水,在超声波发生器中提取 1 h 后,取出放至室温后,用 70% 甲醇水稀至刻度,摇匀、备用。

分别精取上述溶液 1 mL,于 10 mL 量瓶中,用 70% 甲醇水稀至刻度,摇匀,取 1.5 mL 于小离心管中,在高速离心机中 1 2000 r/min 离心 2~3 min,取出,吸取上清液进样 20 μ L,测得 4 次平均回收率为 100.72%; RSD 为 1.22%。

6 中药止痛胶囊样品含量测定方法

取内容物,混合均匀,精称适量(相当一粒止痛胶囊 1/2 的量,约 0.25 g)于 50 mL 量瓶中,加入适量 70% 甲醇水,在超声波发生器中提取 1 h,取出待室温后,稀释至刻度摇匀,待用。

取上述样品液 1 mL 置量瓶中,用 70% 甲醇稀释至刻度,摇匀,取适量于 1.5 mL 小离心管中,在高速离心机 1 2000 r/min 中离心 2~3 min,取出后,取上清液 20 μ L 进样,测得三批样品结果见表 1。

表 1 止痛胶囊中芍药苷含量(%/粒,0.5 g)

样品	一批	二批	三批
1	16.43	16.12	16.65
2	16.27	16.35	16.19
平均含量	16.35	16.24	16.42

7 结果、讨论

7.1 样品处理方法:本文样品处理采用超声波提取法,该法比文献报道的普通提取处理方法简单且样品不易丢失。

7.2 由试验表明:本法测定中药止痛胶囊中芍药苷的含量,其方法简便易行、结果准确、灵敏,能够满足该止痛胶囊中含量测定的要

1 李 俊,等.中国药学杂志,1991,26(5):289

高山红景天苷提取新工艺[△]

大连理工大学生物工程系生物化工研究所(116012) 王 威* 刘传斌 修志龙

摘 要 采用微波破壁法从高山红景天根茎中提取红景天苷,该方法具有快速、高效、安全、节能等优点。与传统的乙醇回流提取相比,该方法在保持较高的提取率的同时,大大缩短了提取过程所用的时间,并且显著降低了提取液中杂蛋白的含量。

关键词 高山红景天苷 微波破壁 中药提取

珍贵药用植物高山红景天 *Rhodiola sachalinensis* A. Bor 为重要的中草药药材,已确认它的主要药用成分是红景天苷(salidroside)。红景天苷具有类似人参的作用,同时,高山红景天中还含有苷元酪醇(tyrosol)和超氧化物歧化酶(SOD)等生物活性物质,以及丰富的人体所需的氨基酸和微量元素^[1]。因此作为营养保健品和药品,红景天制剂具有广泛的应用开发前景。

1 实验材料和方法

1.1 实验材料:高山红景天采自吉林长白山区,用于研究的是经干燥后的根茎。其它化学试剂均为分析纯。

1.2 实验方法:称取红景天根茎,加适量水浸泡一段时间后,微波处理 1 min,取出再加水常温浸提数分钟,得到红景天苷提取液。

1.3 检测方法:红景天苷的浓度测定采用重氮化试剂显色测定酚羟基的比色法^[2],其提取量用单位质量药材提出的红景天苷的量表示,即提取率(g/g);可溶性蛋白质的测定采用考马斯亮蓝法^[3],以小牛血清白蛋白作标准蛋白。

2 实验结果和讨论

我们从干药材加水浸泡时的加水量、浸泡时间,药材粒度、厚度,微波处理时间以及处理后加水提取时的加水量、提取时间、次数等方面对微波法从高山红景天根茎中提取红景天苷进行了系统的研究,结果介绍如下。

2.1 预处理过程中加水量的影响:加水浸泡的目的是为了让失水的细胞吸水膨胀,最大限度地吸收微波能,从而有利于细胞破碎,实验结果如图 1 所示。由图可以看出,随着水料比的增大,红景天苷的提取率逐渐增大而最后趋于稳定,这是因为水太少细胞不能达到完全膨胀,不利于红景天苷的释放。对于红景天苷的提取来讲,适宜的水料比为 4:1。

实验条件:药材粒度 26~85 目,浸泡 2 h,厚度 10 mm,微波处理 5 次,每次 30 s,以 10 倍体积水提 10 min。

2.2 浸泡时间的影响:图 2 是浸泡时间对红景天苷提取率影响的实验结果。由图可知浸泡 30 min 提取率最大,延长浸泡时间提取率反而下降。这是因为对于某些苷类来讲,胞内同时存在着与其相应的水解酶,浸泡时间过长,部分苷会被水解掉,红景天苷即属此类情形。一般地说,如果胞内无降解目标产物的

* Address: Wang wei, Institute of Biochemical Engineering, Department of Bioengineering, Dalian University of Technology, Dalian

[△]辽宁省自然科学基金资助项目