

HPLC法测定川牛膝中杯苋甾酮的含量[△]

沈阳药科大学 (110015) 马 英* 毕开顺** 王 玺 周 欣
香港中文大学中医学院 车镇涛

摘 要 用反相高效液相色谱法对 16个不同产地的川牛膝中所含的杯苋甾酮进行了含量测定。色谱柱为 Hypersil ODS柱,流动相:乙腈-水(1:4.9),流速:0.9 mL/min,检测波长:243 nm,线性范围 1.91~38.28 μg, $r=0.9999$, 平均回收率 93.1% ($n=6$)。本法简便、快速、灵敏,适合川牛膝中杯苋甾酮的定量分析。

关键词 川牛膝 杯苋甾酮 反相高效液相色谱法

Determination of Cyasterone in Medicinal Cyathula (*Cyathula officinalis*) Root by RP-HPLC

Shenyang Pharmaceutical University (Shenyang 110015) Ma Ying, Bi Kaishun, Wang Xi and Zhou Xin
College of TCM, the Chinese University of Hong Kong Che Zhen Tao

Abstract A RP-HPLC method for the separation and determination of cyasterone in the root of *Cyathula officinalis* Kuan was described. The column was 200 mm×4.6 mm ID, packed with Hypersil ODS (5 μm). The determination was carried out with CH₃CN-H₂O (1:4.9) as the mobile phase, at a flow rate of 0.9 mL/min and detected at 243 nm. The relative standard deviation of the method was 1.9%. The calibration curve showed good linearity over the range of (1.91~38.28) μg, $r=0.9999$. The mean recovery was 93.1%. The method was shown to be simple, rapid, sensitive and accurate and could be used for the analysis of *C. officinalis* from different sources.

Key words *Cyathula officinalis* Kuan cyasterone RP-HPLC

川牛膝 *Cyathula officinalis* Kuan 为苋科植物川牛膝或头花苋草的根。化学成分主要为生物碱和甾酮类,如:杯苋甾酮(cyasterone)、头花苋草甾酮等^[1]。其味甘、微苦、性平,具有活血祛瘀、祛风利湿之功效。现代药理研究证明,川牛膝具有抗生育、活血、利胆、降脂等作用。川牛膝与其它中药配伍组成复方,治疗痛经、大骨节病、小儿麻痹后遗症、热淋及牙龈肿痛,效果良好^[2],有较高的药用开发价值。我们采用反相高效液相色谱法,测定了 16个不同产地川牛膝中杯苋甾酮的含量,方法简便、快速、灵敏。

1 仪器与试药

岛津 LC-10AD 液相色谱仪,SPD-10A 检测器,C-R6A 积分仪。试剂:乙腈、甲醇为色谱纯,无水乙醇、正丁醇为分析纯,水为重蒸水。

对照品杯苋甾酮由四川省中药研究所提供。药材川牛膝样品购自各地药材公司或药店,由沈阳药科大学许春泉高级工程师鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Hypersil-ODS(200 mm×4.6 mm ID, 5 μm);流动相:乙腈-水(1.0:4.9);流速:0.9 mL/min;检测波长:243 nm;柱温:室温;灵敏度:0.08 AUFS

2.2 标准曲线的绘制:精密称取杯苋甾酮对照品 9.57 mg,置 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,制成储备液。精密吸取 0.05, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 和 1.0 mL 置 25 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,制成系列浓度溶液。微孔滤膜过滤,依次吸取续滤液 20 μL,按上述色谱条件进行分析,测定峰面积。以对照品含量(mg)为横坐标(X),对照品峰面积(A)为纵坐标(Y),得回归方程,相关系数及线性范围为: $Y=1.16 \times 10^7 X - 4.48 \times 10^3$, $r=0.9999$, 1.91~38.28 μg

2.3 样品溶液的制备:精密称取川牛膝干燥粉末 1 g,置索氏提取器中,加无水乙醇 100 mL,回流提取 16 h。回收溶剂,残渣用 10 mL 蒸馏水微温溶解,转入 125 mL 分液漏斗中,再用 10 mL 微温蒸馏水分

* Address: Ma Ying, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang

马 英 女,1997年毕业于沈阳药科大学日语药理学班,获理学学士学位,现在该校攻读药物分析学硕士学位。

** 毕开顺 男,1990年毕业于沈阳药科大学,获理学博士学位,1991~1994年赴香港中文大学从事博士后研究工作。现任沈阳药科大学药理学系主任,药物分析学博士研究生导师,《药学报》编委,国家新药评审委员会委员。已发表学术论文 60 余篇。

3次洗涤仪器和残渣,用水饱和的正丁醇(10 mL×5次)萃取,合并萃取液,挥干溶剂,用甲醇溶解,定量转移至 25 mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,微孔滤膜过滤,取续滤液备用。

2.4 精密度试验:精密称取 1 g 川牛膝样品(No. 13) 5份,按样品溶液制备法制备,在上述色谱条件下取 20 μL 进样分析,计算精密度,结果杯苋甾酮含量为 2.24×10^{-2} mg/g ($n=5$), $RSD=1.9\%$ 。

2.5 回收率试验:精密称取 1 g 川牛膝样品(No. 13) 6份,分别精密加入对照溶液 0.2, 0.2, 0.2, 0.4, 0.4和 0.4 mL,按样品溶液制备法制备,在上述色谱条件下取 20 μL 进样分析,计算回收率,结果为 93.1%, $RSD=2.7\%$ ($n=6$)。

用本法对 16个不同产地的川牛膝中所含的杯苋甾酮进行含量测定,结果见表 1,色谱图见图 1

表 1 不同产地川牛膝中杯苋甾酮的含量测定

样品	来源	含量 (mg/g)
1	江西丰城	2.62×10^{-2}
2	四川雅安	4.70×10^{-3}
3	云南昆明	2.87×10^{-2}
4	江苏扬州	1.90×10^{-2}
5	四川彭县	5.43×10^{-3}
6	浙江金华	3.32×10^{-2}
7	辽宁沈阳	3.19×10^{-2}
8	内蒙	3.07×10^{-3}
9	陕西西安	1.61×10^{-2}
10	江西南昌	1.97×10^{-2}
11	山东济宁	2.07×10^{-2}
12	湖北	3.48×10^{-2}
13	四川合川	2.24×10^{-2}
14	四川资中	1.50×10^{-2}
15	云南	2.81×10^{-2}
16	山西长治	7.60×10^{-3}

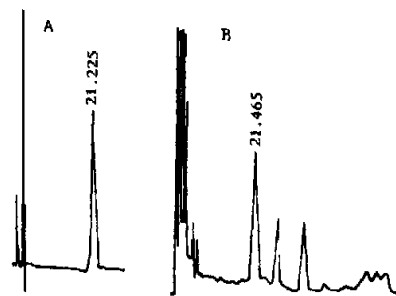


图 1 样品色谱图

3 讨论

3.1 根据文献^[3]对称样量和提取时间进行考察。称样量考察了 1, 2, 3 g, 提取时间考察了 12, 14, 16 和 18 h。结果表明, 1 g 样品回流提取 16 h 使杯苋甾酮提取完全。考察稳定性发现, 放置一周对含量测定无影响, 表明杯苋甾酮很稳定。

3.2 比较不同系统和比例的流动相, 如甲醇-水, 乙腈-水系统, 结果表明以乙腈-水(1:4.9)为流动相, 分离效果较好。

3.3 从样品含量测定结果看, 不同产地的样品中杯苋甾醇含量不同。道地川牛膝中杯苋甾醇含量并不最高, 是否能以杯苋甾酮含量的多少来评价药材质量的优劣有待于进一步研究。

参考文献

- 1 江苏新医学院编. 中药大辞典. 上册. 上海: 上海人民出版社, 1997: 227
- 2 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草. 上册. 上海: 上海科学技术出版社, 1996: 414
- 3 舒元瑜, 等. 中成药, 1992, 14(1): 37

(1999-07-07收稿)

膜材质及截留值对中药超滤通量影响的研究[△]

中国中医研究院基础理论研究所(北京 100700) 欧兴长* 李淑莉
天津纺织工学院膜天公司 杜启云

摘要 用两种材质和 3种截留值的超滤膜, 超滤 5种中药提取液以及鞣质、果胶和蛋白溶液, 测量了相对通量的变化, 结果表明, 膜材质和膜孔径对超滤通量有重要的影响。

关键词 超滤 膜材质 膜截留值

* Address: Ou Xingchang, Basic Institute, Chinese Academy of Traditional Chinese Medicine, Beijing

欧兴长 1964年毕业于北京大学, 留校。1980年调入中国中医研究院基础所, 现任中药化学室主任、研究员。由 WHO 资助, 1983~1984 年赴美国进修一年, 长期从事中药化学研究工作, 先后主持过“八·五”攻关、国家自然科学基金及部局级研究课题。主要著作有《活血化瘀药化学、药理与临床》、《水蛭的临床及研究进展》等。共发表论文 50 多篇。

[△]本文系国家自然科学基金会项目研究内容(批准号 39470844)