

由表 1 看出,用 3 种不同材质的膜,超滤同一种物质,其相对通量的变化是不同的。对蛋白质和鞣质来说,用聚砜膜相对通量衰减较缓慢,而聚砜膜超滤果胶时,相对通量则衰减得较快。

表 2 表明,用 3 种孔径的聚砜膜超滤 5 种中药煮提液,相对通量的变化趋势不一致,对于 4 种植物药(2 个复方,2 个单味药),随截留值的增大,相对通量的变化较缓慢,即随着超滤的进行,通量降低得较少。而对于动物药水蛭的煮提液,用 3 种截留值的膜,其相对通量变化的趋势较接近,且截留值较大的膜,相对通量衰减得似乎更快一些,这可能是由于截留值较大的膜孔径较大,超滤过程中膜孔内吸附增

多所致。水蛭煮提液含大量蛋白,研究表明^[4]随着膜孔的增大,蛋白质对膜污染的程度增加,因为膜孔内吸附量随孔径增大而增加,结果膜通量降低较快。

本实验结果表明,膜材质和孔径对中药超滤通量有重要影响。因此,在应用超滤的第一步,就要根据超滤体系的特点,通过实验选择合适的超滤膜(材质及孔径),以保证超滤能顺利地进行。

参考文献

- 1 欧兴长,等. 水处理技术,1999,25(3):125
- 2 王列容,等. 中草药,1989,20(4):15
- 3 贺立中. 中草药,1996,27(12):719
- 4 陆晓峰,等. 膜科学与技术,1997,17(1):37

(1999-09-08 收稿)

3 种饮片中川芎嗪含量的测定

泰山医学院(泰安 271000) 袁伯勇
泰山医学院附属医院 袁 慧
泰山医学院第一教学医院 赵 铭

川芎为伞形科植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的干燥根茎,能活血行气、祛风止痛。国内对该中药在心血管系统的作用有较多的研究,临床上使用的川芎有生品、酒炙品、炒品 3 种饮片^[1,2]。川芎嗪是川芎中主要有活性的生物碱,制剂中川芎嗪含量的测定已有报道^[3,4]。为了探讨川芎炮制前后川芎嗪的变化,用 RP-HPLC 法测定了 3 种饮片中川芎嗪的含量。

1 试药与仪器

川芎:购于滕州市药材公司,经本院中医教研室秦庆云鉴定为 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的干燥根茎。洗净处理后备用。

川芎炒品、酒炙品:参照文献^[1,5]制备。上述各样品均粉碎过 40 目筛。

试剂:盐酸川芎嗪对照品由中国药品生物制品检定所提供,试剂均为分析纯;重蒸水。

仪器:岛津 LC-6A 高效液相色谱系统;SCL-6A 系统控制器,7125 型进样阀,LC-6A 溶剂泵,CTO-6A 色谱柱箱,SPD-6AV 可见-紫外检测器,C-R3A 数据处理机。岛津 UV-265 型紫外分光光度计。

2 实验方法和结果

2.1 样品液的制备:精密称取样品粉末约 0.6 g,置 10 mL 具塞试管中,加无水乙醇 7 mL,放置 12 h 以上,超声提取 25 min,离心 5 min (4 000 r/min),上

清液移到 25 mL 量瓶中。按上法将残渣用无水乙醇再提取 2 次,上清液转入量瓶中,用无水乙醇定容。精取 6 mL 样品的提取液置 50 mL 烧杯中,加 1 mol/L 的盐酸甲醇溶液适量,混匀,pH=1.2,置恒温水浴 45℃ 蒸干。加 1 mol/L 盐酸 9 mL 溶解残渣,过滤。滤液用浓氨水(7.5 mol/L)调 pH=9~10 后,再用二氯甲烷提取 2 次(9 mL、7 mL)。将二氯甲烷提取液置 50 mL 烧杯中,用 1 mol/L 盐酸甲醇液调 pH=1.2,置恒温水浴上 45℃ 蒸干。精加甲醇 5 mL 溶解残渣,将溶解液转入 5 mL 具塞离心试管中,离心 5 min (4 000 r/min),得待测样品液。

2.2 色谱条件:岛津 Shim-Pack CLC-ODS(150 mm×6 mm,5 μm)柱,流动相甲醇-0.1 mol/L 醋酸、醋酸钠缓冲液=32:68(pH4.0,比较实验确定),流速 1.0 mL/min,检测波长 278 nm,灵敏度 0.08 AUFS,纸速 2 mm/min,柱温室温。

2.3 对照品纯度检查:取对照品甲醇溶液(18.30 μg/mL)4.5 μL,按上色谱条件测峰面积,除去溶剂峰后,用归一化法计算盐酸川芎嗪的含量为 100%(n=5),对照品符合该色谱分析的要求。

2.4 标准曲线:称对照品 3.66 mg,置 10 mL 量瓶中,用甲醇定容为 A 液(含川芎嗪 288.6 μg/mL)。取 A 液 1.25 mL,置 25 mL 量瓶中,用甲醇定容,为 B 液。分别取 B 液 0.25、0.75、1.25、1.75、2.25 mL

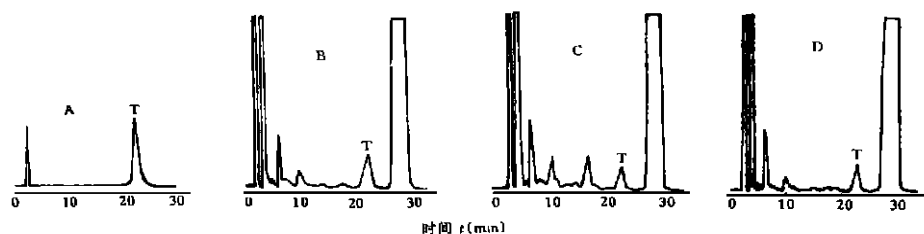
置于 5 个 10 mL 量瓶中,用甲醇定容后混匀,在前述色谱条件下进样 20 μ L,得进样量在 0.007 22 ~ 0.064 9 μ g 间川芎嗪量(Y)和峰高(X)呈良好的线性关系,回归方程为: $Y = 1.080\ 5 \times 10^{-3} + 0.019\ 829X$, $r = 0.999\ 8$ 。

2.5 回收率及精密度试验:取盐酸川芎嗪甲醇液(A 液)1.5 mL,用甲醇稀释到 10 mL,取该液 0.3 mL 加入已精密称取的川芎生品粉末约 0.3 g 中,用 2.1 项的方法制备样品液,进样 20 μ L,测定回收率为 99.1%, $RSD = 1.66\%$ ($n = 5$)。

制备炒品样品液,进样 20 μ L,在 2.2 项的色谱条件下重复进样 8 次,样品中川芎嗪的含量(μ g/g)分别为 44.93, 44.07, 44.07, 44.93, 44.93, 44.93, 44.93, 44.93, 计算川芎嗪含量的 RSD 为 0.89%。

2.6 检测限:称取酒炙品粉末约 0.3 g 4 份,按 2.1 项方法制备样品液,进样 20 μ L,取信噪比为 4 时川芎嗪量作为检测限,结果为 5.07 ng,样品液中川芎嗪最低检测浓度为 0.255 μ g/mL。

2.7 样品分析:分别取 3 种饮片样品液进样 20 μ L,按前述色谱条件进行定量分析,结果见表 1,色谱图见图 1,川芎嗪的保留时间为 23.318 min。



A-对照品 B-生品 C-炒品 D-酒炙品 T-川芎嗪

图 1 3 种饮片和对照品色谱图

3.3 由结果知,和生品相比,酒炙品川芎嗪含量降低 8.04%,炒品中川芎嗪含量降低 25.13%,3 种饮片川芎嗪含量之间有显著差异。生品酒炙或炒后,川芎嗪含量下降,说明川芎炮制前后川芎中部分川芎嗪分子发生了变化。

3.4 根据对病人的辨证诊断选择适宜的中药饮片组方调剂,才会有好的疗效。川芎中的川芎嗪、挥发油有抗血小板聚集、扩张动脉、改善微循环脑血流、溶栓、止痛等作用,故发挥川芎祛风除湿止痛的功效时宜用生品。酒炙时加入的黄酒有活血通络的作用,

3 讨论

3.1 溶剂的极性及其 pH 值对碱性物质的紫外光谱影响比较大。用流动相配制盐酸川芎嗪对照品溶液(含盐酸川芎嗪 12.81 μ g/mL),在波长 200 nm ~

表 1 3 种饮片中川芎嗪的含量(μ g/g)

样 品	含 量							$\bar{x}$	RSD (%)	P^*
生品	60.40	59.60	59.77	59.80	60.28	59.97	0.58			
酒炙品	54.30	55.22	55.69	54.81	59.74	55.15	1.11	< 0.001		
炒 品	44.92	44.72	44.23	45.27	45.37	44.90	1.02	< 0.001		

* 炒品、酒炙品分别与生品作 t 检验

400 nm 处扫描,紫外光谱图见图 2。 $\lambda_{\max} = 278$ nm,故本研究选择 278 nm 检测川芎嗪。

3.2 分别对生品的第 3, 4, 5 次提取液进川芎嗪含量测定,第 3 次提取液中川芎嗪含量在 LC-6A 检测限以上,第 4、第 5 次提取液中川芎嗪含量在 LC-6A 检测限以下。第 4、第 5 次提取从每克川芎生品中提出的川芎嗪量占 5 次提取总量的百分比小于 4.0%,说明提取 3 次生品中 96.0% 以上的川芎嗪已被提取出。故本法采用样品粉末加入无水乙醇放置 12 h 以上后超声提 3 次,每次 25 min 的方法。

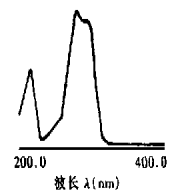


图 2 盐酸川芎嗪紫外光谱

故发挥川芎活血止痛的功效时宜用酒炙品,但在酒炙时温度以低为好,尽量减少川芎嗪的损失。

参 考 文 献

- 1 颜正华. 中药学. 北京: 人民卫生出版社, 1991: 529
- 2 成都中医学院主编. 中药学. 上海: 上海科学技术出版社, 1978: 247
- 3 赵志春, 等. 中国中药杂志, 1991, 16(12): 729
- 4 蒋芝荣. 中草药, 1994, 25(9): 459
- 5 国家药政管理局编. 全国中药炮制规范. 北京: 人民卫生出版社, 1988: 14, 420

(1999-03-02 收稿)