

^{60}Co γ 射线辐照对胡椒中胡椒碱的影响

成都中医药大学附属医院药剂科 (610072) 宋 英* 高 群 张家明

摘 要 采用 HPLC 法研究了胡椒中主要成分胡椒碱经 ^{60}Co γ 射线辐照后,对胡椒碱的含量无明显影响,胡椒碱的光谱图无明显改变。

关键词 ^{60}Co γ 射线辐照 胡椒 胡椒碱

胡椒为中国药典药材品种,主含胡椒碱及挥发性成分。在中药制剂过程中,对含有胡椒药材的中药制剂进行加热灭菌,易损失挥发性成分,影响疗效。采用 ^{60}Co γ 射线辐照灭菌不使被灭菌药物的温度升高,不仅避免了上述加热灭菌的缺点,而且能够达到较好的灭菌效果。为了考察 ^{60}Co γ 射线辐照灭菌对胡椒中主要成分胡椒碱的影响,本文参照中华人民共和国药典 (1995 25),采用 HPLC 法对辐照后胡椒中胡椒碱的含量及色谱图和光谱图作了研究,以供参考。

1 实验仪器和材料

HP-1100 高效液相色谱仪 (美国惠普),超声清洗仪 (中国华南超声设备厂),胡椒碱 (中国药品生物制品检定所提供),对二氨基苯甲醛 (分析纯),白胡椒 (购自成都市中药材公司),试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 样品处理: 将同批样品分成 2 份,1 份用 ^{60}Co γ 射线辐照灭菌,吸收剂量为 10 KGy,1 份不作任何处理。

2.2 内标溶液的制备: 精密称取对二氨基苯甲醛配制成 0.49 mg/mL 的无水乙醇溶液。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取胡椒碱对照品配制成 1.32 mg/mL 的无水乙醇溶液。

2.4 色谱条件: 色谱柱: ODS-Hypersil (5 μm , 125 mm $\times$ 4 mm); 流动相: 甲醇-水 (77:23); 柱温: 30°C; 检测器: DAD; 检测波长: 343 nm; 流速: 0.5 mL/min。

2.5 样品测定: 分别精密称取辐照灭菌前后的胡椒粉约 0.25 g 各 4 份,按中华人民共和国药典方法 (1995 版一部 205) 以及上述色谱条件,分别测定胡椒碱的含量,测定结果见表 1 表 2。

结果表明,胡椒中胡椒碱的含量在 ^{60}Co γ 射线

表 1 未作处理的胡椒中胡椒碱的含量

样品量 (g)	胡椒碱含量 (%)	平均 (%)	RSD (%)
0.252 1	3.51	3.470	1.74
0.251 6	3.50		
0.255 8	3.49		
0.250 2	3.38		

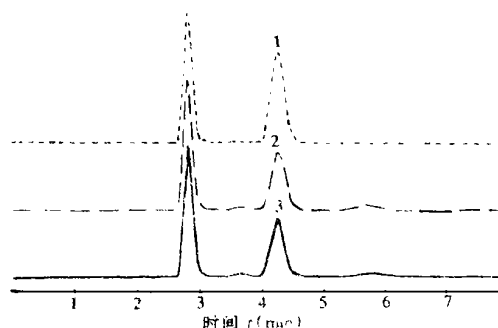
表 2 ^{60}Co γ 射线辐照后胡椒碱的含量

样品量 (g)	胡椒碱含量 (%)	平均 (%)	RSD (%)	收率 (%)
0.251 0	3.44	3.435	2.16	99
0.250 5	3.33			
0.250 1	3.47			
0.252 3	3.50			

辐照灭菌 (10 KGy) 后无明显变化。

3 结论

除上述实验结果外,从图谱 (图 1) 中可以看出,



1-胡椒碱对照品 2-胡椒 (辐照前) 3-胡椒 (辐照后)

图 1 胡椒碱含量测定图

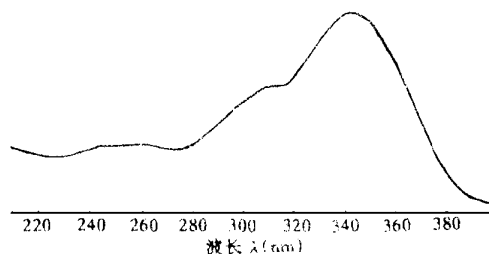


图 2 胡椒碱对照品光谱图

* Address: Song Ying, Affiliated Hospital, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Chengdu

宋 英 男, 41 岁; 副主任药师; 中药学专业; 研究方向: 中药制剂及其质量标准研究; 发表论著 10 多篇; 获省级和厅局级科研成果 3 项; 新药研究转让 3 项。

胡椒碱对照品、辐照前后胡椒中的胡椒碱保留时间相同(均为 4.22 min);光谱图(图 2 3 4)显示胡椒碱对照品、辐照前后胡椒中的胡椒碱的峰形相同。说明胡椒可在 10 KGy 以下的吸收剂量辐射灭菌。

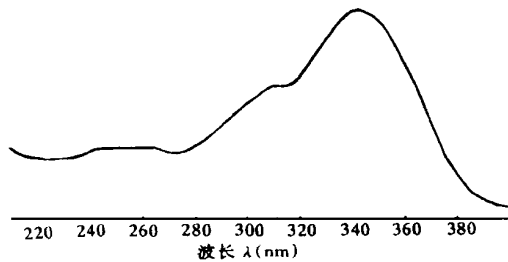


图 3 辐照前胡椒中胡椒碱光谱图

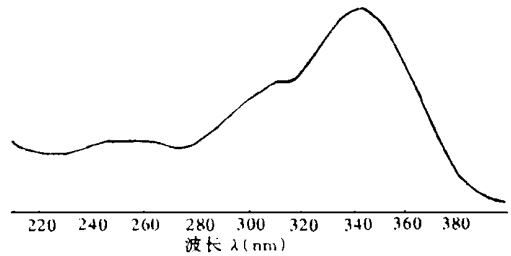


图 4 辐照后胡椒中胡椒碱光谱图

响的研究报告,本实验为胡椒及其制剂⁶⁰钴 γ 射线辐照灭菌的应用提供了实验依据

4.2 本文考查⁶⁰钴 γ 射线辐照对胡椒中胡椒碱含量的影响,对色谱图的保留时间和光谱图的峰形进行了比较,从而使结论更为可靠

(1999-09-20收稿)

4 讨论

4.1 目前未见有关⁶⁰钴 γ 射线辐照对胡椒成分影

3种不同加工川贝母有效成分的比较

中山医科大学附属第一医院药学部(广州 510080) 邝翠仪* 钟诗龙 黎曙霞 任 斌

摘 要 目的:通过对 3 种不同加工川贝母有效成分分析比较,为优化川贝母加工工艺提供理论依据。方法:提取不同加工方法处理的川贝母总皂苷和总生物碱并测定其含量。结果:测得传统加工法、水洗法、打硫法处理后川贝母的总皂苷含量分别为 0.887%、0.949%、0.486%,总生物碱含量分别为 0.082%、0.098%、0.095%。结论:单因素方差分析的两两比较显示水洗加工方法为优。

关键词 川贝母 加工 有效成分 含量测定

川贝母 *Tendrilleaf fritillary Bulb* 是临床常用中药,目前加工工艺主要有 3 种方法。本实验通过对 3 种不同加工工艺处理后的川贝母有效成分生物碱、甾体皂苷等进行比较,为优化川贝母加工工艺提供理论依据

1 实验部分

1.1 ① 传统加工法:夏季挖取鳞茎,去净泥土,晒至半干后撞去外表粗皮,再复晒至足干;② 水洗法:夏季挖取鳞茎,水洗去泥土,晒至足干;③ 打硫法:夏季挖取鳞茎,去净泥土,装入网袋置于熏炉中,用硫磺熏后晒干。

1.2 仪器及材料:岛津 UV-1601PC 紫外分光光度计,定量滤纸;3 种方法加工贝母。贝母样品均采自四川阿坝,实验时除去杂质,粉碎,置 60℃ 真空干燥箱内烘烤 5 h,置干燥器中备用。贝母素甲(peimine)对照品(中国药品生物制品检定所)。其他试剂均为分析纯。

1.3 总生物碱的提取:精密称取各贝母样品粉末 2.0 g,以 40 mL 0.5% 盐酸乙醇为溶剂,95℃ 回流 1.5 h 冷却后过滤,滤渣用 0.5% 盐酸乙醇洗涤,过滤,滤液合并,水浴挥干溶剂,分次用氯仿溶解,过滤,滤液置于 50 mL 容量瓶中,用氯仿定容。

提取终点的确定:滤渣用 0.5% 盐酸乙醇洗涤过滤后,以 0.5% 盐酸乙醇回流 0.5 h,取提取液约 0.5 mL,置小试管中,加 0.1 mol/L 盐酸 1 mL,放水浴上将有有机溶剂蒸去,放冷,滴加改良的 Drangendorff 试剂 1 滴,没有发生混浊,说明提取完全

1.4 标准曲线的制备:精密称取贝母素甲对照品 2.89 mg 于 50 mL 量瓶中,氯仿溶解,定容至刻度。准确吸取 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 于 25 mL 量瓶中,加入 2.0 mL pH 5.0 缓冲溶液及 2.0 mL 0.001 mol/L 溴麝香草酚蓝溶液,摇匀,再加氯仿至刻度,震荡 15 min,移至分液漏斗中,分离下层液作

* Address Kuang Cuiyi, Department of Pharmacy, Affiliated first Hospital, Sun Yat-sen University of Medical Sciences, Guangzhou