

3 讨论

3.1 天麻为君药,主要有效成分为天麻素,具有镇静和镇痛作用,因此选择测定天麻中的天麻素含量

3.2 在流动相的选择中,因天麻素为葡萄糖苷,极性大,选择以水为主的流动相有利于天麻素的分离。

山豆根在复方中化学成分变化的研究

崔健¹,耿惠²,刘淑杰³,陈新¹

(1. 长春中医学院,吉林 长春 130021; 2. 吉林省中医医院,吉林 长春 130021; 3. 白求恩医科大学制药厂,吉林 长春 130021)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)07-0613-02

山豆根为豆科植物越南槐 *Sophora tonkinensis* Gagnep. 的干燥根及根茎,具有清热解毒、消肿止痛、通便之功能,主要成分为氧化苦参碱^[1]、苦参碱在含山豆根药材的中成药的复方制剂中^[2]只测定苦参碱含量,作者认为山豆根在复方中,与共存药物在制备过程中苦参碱、氧化苦参碱可能互有转变。本实验结果表明,山豆根饮片用水煎煮,氧化苦参碱含量降低,苦参碱含量增加;山豆根与丹参、木蝴蝶、黄柏、玄参等配伍,与水共煎煮,氧化苦参碱含量则随着时间的延长而减少直至消失,苦参碱含量增加

1 实验部分

1.1 仪器 试剂 药品: CS-930型双波长薄层扫描仪,日本岛津;定量毛细管;硅胶 G,中国青岛海洋化工有限公司。试剂及试药均为分析纯。对照品:苦参碱、氧化苦参碱,中国药品生物制品检定所。

药材饮片:山豆根 *Sophora tonkinensis* Gagnep 的干燥及根茎;丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge的干燥根及根茎;木蝴蝶 *Oroxylum indicum* (L.) Vent. 的干燥成熟种子;黄柏 *Phellodendron chinese* Schneid. 的干燥树皮;玄参 *Scrophularia ningpoensis* Hemsl的干燥根,长春中医学院刘琦教授鉴定。

1.2 薄层扫描条件

1.2.1 苦参碱测定:硅胶 G薄层板,甲苯-丁酮-2-异丙醇-浓氨水(20:20:3:1)展距 8 cm;改良碘化铋钾显色; $\lambda_s=510$ nm, $\lambda_R=650$ nm,锯齿扫描,外标两点法;苦参碱对照液(甲醇)浓度 0.48 mg/mL。

1.2.2 氧化苦参碱测定:展开剂:氯仿-甲醇-浓氨水(10:1:0.5),氧化苦参碱对照液(甲醇)浓度 0.56 mg/mL。其余条件同上。

1.3 山豆根水煎煮提取对生物碱含量的影响

1.3.1 供试液 A 取山豆根粉末(过 60目筛)0.3

g,精密称定,置索氏提取器中,甲醇 100 mL 连续回流提取至无色,回收溶剂至干,用甲醇定容于 10 mL 量瓶中,备用。

供试液 B 取山豆根粉末(过 60目筛)1 g,精密称定,加入 50 倍量蒸馏水煎煮 60 min,离心沉降,吸取离心液于 50 mL 量瓶中,残渣用水煎煮 2 次(40倍量水,40 min; 30倍量水,30 min)分别离心,合并离心液于上述量瓶中加水至刻度,混匀。精密吸取离心液 40 mL,水浴蒸干,残渣用 50% 乙醇转溶于 5 mL 量瓶,稀释至刻度,备用。

1.3.2 测定及结果:苦参碱:吸取供试液 A 10 μ L,供试液 B 2 μ L,苦参碱对照液 1,3 μ L,点于同一块硅胶 G 薄层板上,按 1.2.1 项条件进行薄层分离及扫描测定,计算结果见表 1。

氧化苦参碱:吸取供试液 A 15 μ L,供试液 B 10 μ L,氧化苦参碱对照液 1,3 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,按 1.2.2 项条件进行薄层分析及扫描测定,计算结果见表 1。

表 1 水煎煮对生物碱的影响

样品	苦参碱			氧化苦参碱		
	$\bar{x}$ (mg/g)	RSD (%)	增减*	$\bar{x}$ (mg/g)	RSD (%)	增减*
供试液 A	1.8	1.89	11.11	1.1	2.34	54.55
供试液 B	2.0	2.623		0.5	2.98	

注: $n=3$ * 指同供试液 A 比较,供试液 B 的增减值由 $(B-A) \times A^{-1} \times 100\%$ 算得^[3]

1.4 山豆根与丹参、木蝴蝶等配伍对生物碱含量的影响:由山豆根、丹参、木蝴蝶、黄柏组成的复方,未检出氧化苦参碱。拆方为山豆根、丹参;山豆根、木蝴蝶;山豆根、黄柏等若干小方,按下述方法制备供试液,做薄层色谱鉴别。

称取相当于处方量的上述处方群药及各拆方对

药,置烧杯中,加适量蒸馏水煎煮 3 次 (60, 40, 30 min),合并煎煮液,于水浴上蒸发至稠膏状物。取各稠膏适量,用 70% 乙醇作溶剂,超声处理 40 min,滤过,取滤液做供试液。吸取上述各供试液适量 (3 μ L)点于同一硅胶 G 预制板上,用 1. 2. 3 项展开剂展开,显色。结果发现,群药及有丹参的供试液中,均未检出氧化苦参碱,其余各组有氧化苦参碱斑点,但其色斑明显小于苦参碱。(图 1)

称取山豆根、丹参及群药粉末适量,分别加 20 倍量蒸馏水,不经煎煮,直接用超声波提取 40 min,同上法处理并进行薄层色谱鉴别。结果均检出氧化苦参碱。(图 2)

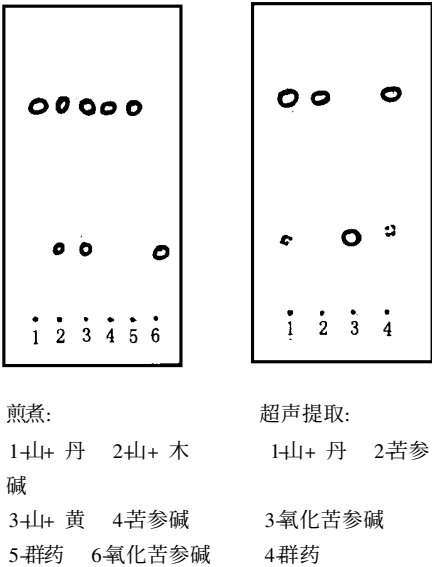


图 1 山豆根配伍薄层图

2 讨论

2. 1 薄层扫描含量测定部分,经过方法学考察,符合定量要求。苦参碱的标准曲线未通过原点, $Y=9.802X+542$, $r=0.995$,线性范围 0. 48~ 2. 40 μ g,

加样回收率 96. 44% ($n=5$), RSD 为 2. 68%。氧化苦参碱标准曲线未通过原点, $Y=10. 746X+4. 328$, $r=0. 996$ 线性范围 0. 56~ 2. 8 μ g,加样回收率 95. 81% ($n=5$), RSD 为 2. 93%。

2. 2 通过以上实验研究发现,山豆根饮片水煎煮的提取物中,氧化苦参碱含量低于用甲醇提取者,苦参碱含量则高于甲醇提取者。其原因是山豆根中酚性成分(如黄酮类)在水中溶解度较大,所以在水煎煮液中氧化苦参碱能较多地转变为苦参碱。山豆根、丹参、群药加水不煎煮直接超声处理,能检出氧化苦参碱,说明氧化苦参碱与还原性物质(如原儿茶醛、酸性成分、双键)在溶液中相互作用时必须要有加热条件提供能量。

2. 3 氧化苦参碱结构中具有 $N \rightarrow O$ 配位键,当与醛基、羟基(醇 OH 、酚 OH)、双键类化合物共水煎提取时,会被还原为苦参碱。而上述的醛基、羟基、双键是中药化学成分中普遍存在的基团,因此,可以预测复方中苦参碱的含量都会因共存成分及制剂工艺的不同而有不同程度的增加。

2. 4 建议在含量测定中考察有效成分提取率时,首先测定制剂中苦参碱的含量,然后分别测定山豆根药材中苦参碱和氧化苦参碱含量,并折合成苦参碱的量。

2. 5 要认真探讨复方的化学成分及其变化,深入研究复方独特疗效的物质基础,为合理用药、药物剂型的研究及新药设计,其内在质量评价等提供科学的依据。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典[S]. 2000年版一部。
- [2] 贾晓斌,陈卫东. HPLC法测定复方广豆根合剂中苦参碱的含量[J]. 西北药学杂志, 1995, 10(5): 195~ 196.
- [3] 陆蕴茹,杨钟柯,董育妹,等. 苦参在复方中化学成分变化的研究[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(7): 412-414.

补肾益脑片中补骨脂、川芎的质量控制

王玉海,赵慧敏,宋宝鹏,郑安勤*

(1. 鸡西市药品检验所,黑龙江 鸡西 158100; 2. 牡丹江农管局八五四农场职工医院,黑龙江 牡丹江 158400)

中图分类号: R927. 11 文献标识码: B 文章编号: 0253- 2670(2001) 07- 0614- 02

补肾益脑片由鹿茸、红参、川芎、补骨脂等 16 味药材加工制成。《中国药典》对其中的主要药材进行了定性鉴别,但未对补骨脂、川芎二味药进行质量控

制。按药品的质量标准的技术要求,对本品的川芎、补骨脂进行了薄层鉴别。

1 实验材料

* 收稿日期: 2000-08-29