

3.1 用 $\text{NaNO}_2\text{-Al}(\text{NO}_3)_3\text{-NaOH}$ 体系与黄酮形成络合物的化学吸光分析法,线性关系好,简便快捷,条件一致时,可比性强,结合 HPLC分析数据进行修正可作为定量分析用,为探索最佳提取工艺和中间指标控制提供了有效评价方法。

3.2 反相高效色谱法以槲皮素为标样定量测定荷叶酸解液的总黄酮含量分析,线性关系、重复性、稳定性好,回收率高。

3.3 高效液相色谱法以槲皮素为标样分析黄酮得率 1.183%,分光光度法黄酮得率 4.43%。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典(上) [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1977.
- [2] 吴吉茂, 毛维伦, 江向东, 等. 荷叶对家兔食饵性高胆固醇血症和动脉粥样硬化影响 [J]. 江西医学院学报, 1987, 27(3): 5-8.
- [3] 王宇辉. 中药降脂研究进展 [J]. 中国中药杂志, 1999, 24(3): 184-186.
- [4] 黄阿根, 钱建亚, 谭道经. 荷叶黄酮提取工艺的研究 [J]. 食品与机械, 2000, 5: 14-18.

大孔吸附树脂在延胡索生物碱提取分离中的应用

刘俊红, 魏峻峰, 王洪志, 伍孝先*

(天津市中西医结合急腹症研究所, 天津 300100)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)01-0037-02

延胡索为罂粟科植物延胡索 *Corydalis yanhusuo* W. T. Wang 的干燥块茎, 含有多种生物碱, 以延胡索乙素(四氢巴马汀)为主, 具有明显的镇痛、催眠和镇静作用。近年来大孔树脂在药物提取分离, 尤其是水溶性成分的分离中, 显示着越来越重要的作用。本实验将 3 种大孔吸附树脂应用于延胡索生物碱的提取分离, 对于优化生产工艺具有一定的参考价值。

1 实验部分

1.1 仪器、材料与试剂: 三用紫外灯, 日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, 美国 SSI 色谱工作站; 大孔吸附树脂 D-101、DA-201 为天津农药厂产品, WLD-III 为四川中药研究所提供; 薄层板: 自制含 1% NaOH 溶液的硅胶 G 板, 10 cm × 20 cm 延胡索乙素对照品购自中国药品生物制品检定所; 甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

1.2 树脂的预处理及再生: 称取大孔树脂 30 g, 湿法装柱。用 4% 盐酸-乙醇液清洗至流出液加等量水无混浊, 然后用自来水冲洗至中性。用过的树脂, 用水洗去溶剂后, 即再生, 可用于同类植物的分离。经反复使用后, 或用于不同品种的分选, 可用稀酸或稀碱浸泡、洗涤, 水洗中性即可。

1.3 吸附容量的测定: 分别取延胡索提取液 (以 mg/mL 计算) 若干毫升通过 3 种已处理的树脂柱, 收集与重量相对应流出液体积的后 15 mL, 用氨水

调 pH=12, 再用乙醚 20 mL 萃取 1 次, 取乙醚液置于蒸发皿上, 吹风机冷风吹干, 1 mL 甲醇溶解, 作为吸附不同重量时的样品液。按 2000 年版《中国药典》一部延胡索薄层鉴别方法鉴定。确定树脂吸附容量 (树脂: 生药, g/g) 分别为 D-101 (1: 1), WLD-III (1: 1), DA-201 (5: 1)。

1.4 洗脱剂的确定: 分别按吸附容量将延胡索水提取液通过 3 种已处理的树脂柱, 用水洗至流出液无色, 然后分别用 30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%、95% 乙醇依次洗脱, 收集各段洗脱液, 同 1.3 薄层鉴别方法。除 30%、40% 乙醇外, 其他乙醇浓度在延胡索乙素对应位置均有明显斑点, 因此选择 95% 乙醇为洗脱剂。

1.5 延胡索乙素的含量^[1]测定

1.5.1 色谱条件: 色谱柱: phenomenex ODS (4.6 mm × 250 mm), 流动相: 甲醇-2 mol/L 磷酸盐缓冲液 (pH=7.2) (75: 25), 检测波长: 280 nm, 流速: 0.8 mL/min。

1.5.2 样品液的制备: 分别按吸附容量将延胡索水提取液通过 3 种已处理的树脂柱 (树脂 30 g), 用水洗至流出液无色, 先用 40% 乙醇洗脱, 弃去, 再用 95% 乙醇洗脱, 以每 5 毫升逐段收集洗脱液, 分别用乙醇稀释不同的倍数, 过膜, 作为样品液备用。

1.5.3 标准曲线的制备: 精密称取延胡索乙素对照品 5.7 mg, 用甲醇溶解, 定容于 10 mL 容量瓶, 从中

精取 5.0 mL, 甲醇定容至 10 mL, 按上述色谱条件, 分别进样 20, 15, 10, 5, 2.5 μ L, 由数据处理机计算各峰面积, 以峰面积与对照品浓度进行线性回归, 得回归方程: $Y = 4.79 \times 10^{-5} X, r = 0.9999$

1.5.4 含量测定: 分别精密吸取样品液 20 μ L, 按上述色谱条件测定, 按外标二点法计算浓度

1.6 洗脱曲线的绘制: 根据 1.5.4 测定的结果计算出每 5 毫升洗脱液中延胡索乙素的含量, 绘制 3 种型号树脂的洗脱曲线, 见图 1

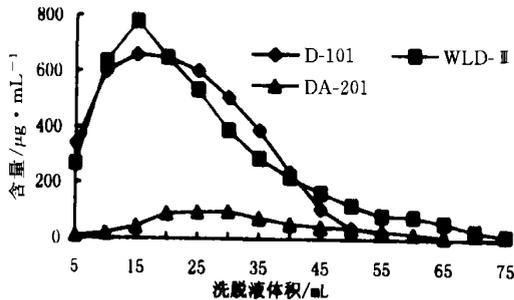


图 1 3 种型号树脂的洗脱曲线

2 结果

根据测定结果分别计算出从 3 种型号树脂上洗脱下来的延胡索乙素占总生药量, D-101 为 0.06%, WLD-III 为 0.072%, DA-201 为 0.053%。从洗脱曲线图上可以看出, D-101 和 WLD-III 洗脱

效果较好。不同之处是若洗脱下 0.06% 的延胡索乙素, D-101 型树脂用乙醇 75 mL, 而 WLD-III 型树脂用乙醇 55 mL, 再加乙醇可继续洗脱至 0.072%。因此, 两种树脂都可以参考, 以 WLD-III 为佳。吸附的生药量为树脂的 1 倍, 用两倍树脂量的 95% 乙醇能基本洗脱完全

3 讨论

3.1 本实验采用大孔吸附树脂吸附样品后, 先用 40% 乙醇洗脱是为了除去干扰成分, 便于 HPLC 测定, 结果分离度好且保护了色谱柱。但是, 40% 乙醇有可能洗脱下其它生物碱, 因此, 在实际生产中可根据需要对这一步骤进行取舍。

3.2 延胡索乙素在空气中不稳定, 易受阳光照射或温度的影响, 脱氢氧化为结构稳定的巴马汀^[2]。在实验操作中应尽量避免受热。

3.3 经大孔吸附树脂提取分离的延胡索生物碱, 成品体积小, 相对含量高, 产品质量稳定, 具有良好的生理活性。

参考文献:

- [1] 原永芳, 李修禄, 柳正良, 等. 超临界流体萃取及高效液相色谱法分析延胡索中延胡索乙素的含量 [J]. 药学学报, 1996, 31(4): 282-286.
- [2] 周玲英, 吴晓. 薄层扫描测定调经止痛胶囊延胡索乙素含量 [J]. 中成药, 2000, 22(3): 194-195.

HPLC法测定海洋胃药中胡椒碱的含量

戚宝婵¹, 郭汉文¹, 陈发奎^{2*}

(1. 辽宁省药品检验所, 辽宁 沈阳 110023; 2. 沈阳药科大学中药学院, 辽宁 沈阳 110016)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)01-0038-02

海洋胃药由海星、陈皮、黄芪、胡椒等 9 味中药组成, 为国家中药保护品种。中华人民共和国药典 2000 年版一部胡椒项下也有高效液相色谱法测定胡椒碱的含量, 但其采用内标法测定, 需加内标物, 不适合成方制剂。本文采用外标法测定海洋胃药中胡椒碱的含量, 操作简便、快速、重复性好, 为控制产品质量提供了依据。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, Class- ν p 色

谱工作站; 胡椒碱对照品购自中国药品生物制品检定所, 批号为 0775-9702, 纯度为 98.9%; 海洋胃药由大连海洋药业有限公司提供, 批号为 20000410

2 方法与结果

2.1 提取条件的选择: 以无水乙醇为提取溶剂, 采用超声提取, 并对不同提取时间的样品含量进行了考察, 根据考察结果确定超声时间为 40 min

2.2 供试品溶液的制备: 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 精密称取 0.6 g, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加无水

* 收稿日期: 2001-04-09

作者简介: 戚宝婵 (1963-), 女, 山东省济宁市人, 副主任药师, 1986 年毕业于沈阳药科大学, 主要从事中药检验及质量标准研究, 发表科研论文 8 篇。Tel: 024-25854645