

保存一周(4℃~ 10℃),重复测定结果无差异

2.7 回收率试验:各取 3份已知白藜芦醇苷和白藜芦醇含量的虎杖提取液,前者每份 0.5 mL,后者每份 1.0 mL,分别加入白藜芦醇苷和白藜芦醇对照 2.0 mL(0.1 mg),用各自的流动相稀释到 25 mL,分别测得白藜芦醇苷的回收率为 96.7%,RSD为 0.28%;白藜芦醇的回收率为 98.4%,RSD为 0.12%。

2.8 样品测定:取虎杖粉 0.500 g,按 2.3项下方法制备,进样测定,结果见表 1

表 1 汉中地区虎杖中白藜芦醇及白藜芦醇苷的含量(n=5)

批号	白藜芦醇(%)	RSD(%)	白藜芦醇苷(%)	RSD(%)
1	0.4267	0.27	2.4903	0.38
2	0.4320	0.67	2.5443	2.14
3	0.4317	0.29	2.5663	2.56

3 讨论

结果表明,用甲醇提取、HPLC法直接测定汉中虎杖中白藜芦醇苷的含量为 2.50%,白藜芦醇的含量为 0.43%。该结果可能与以下几个因素有关:(1)本实验取用 0.500 g 原料,加入 200倍甲醇连续提取 8 h,直接用 HPLC法测定,既保证了提取完全,又减少了许多中间环节可能造成的流失,从而提高了收率。(2)采用 HPLC法测定,在反复试验的基础

上,白藜芦醇苷的流动相选用 1%的乙腈水溶液,白藜芦醇的流动相选用 25%的乙腈水溶液,使苷的出峰时间保持在 6~7 min,白藜芦醇的出峰时间保持在 7~8 min,既可取得较短的保留时间,又不受杂质峰的影响,具有灵敏度高、重复性好的优点。

(3)本实验所用虎杖产自汉中地区(秦岭南坡),文献报道不同地区虎杖中蒽醌类含量差别较大^[1],但不同地区虎杖中白藜芦醇苷含量的差别尚未见报道,是否汉中地区虎杖中白藜芦醇苷的含量高于其它地区,有待进一步作比较研究

王丹等^[4]在薄层上也观察到白藜芦醇的斑点,但没有对白藜芦醇含量进行测定。本实验结果证明,虎杖中不仅有大量的白藜芦醇苷,而且有 0.43%左右的白藜芦醇存在,为虎杖在医药、保健品等方面的开发利用提供了实验依据。

参考文献:

- [1] 郑虎占,董泽宏,余端. 中药现代研究与应用(第三卷)[M]. 北京:学苑出版社,1998.
- [2] 周建军. 虎杖中二苯乙烯类化合物药理作用研究进展[J]. 西北药学杂志,2000,15(2): 86.
- [3] 张博. HPLC法测定紫金胶囊中白藜芦醇的含量[J]. 中草药,2001,32(1): 35.
- [4] 王丹,唐盈. 中药虎杖中白藜芦醇苷含量测定的研究[J]. 中草药,1987,18(11): 16-18.
- [5] 吴叶,程宁,王智华,等. HPLC法测定清胆胶囊中白藜芦醇苷、陈皮苷的含量[J]. 中成药,1999,21(5): 226-228.

延胡索生物碱溶出规律的研究

邹节明,王力生,云强*

(桂林三金药业股份有限公司,广西 桂林 541004)

摘要:目的 考察延胡索药材在醇提、水煮、人工胃液浸出三种情况下炮制与否对总生物碱溶出的影响。方法 紫外分光光度法。结果 醋制品较生品有利于总生物碱的溶出,醇提对总生物碱的溶出明显优于其它两种方法。结论 传统的醋制工艺对延胡索的制剂具有较广泛的合理性,并且在条件允许的条件下,对延胡索尽可能采用醇提工艺。

关键词:延胡索;醋制;总生物碱;紫外分光光度法

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2002)05-0416-02

Studies on dissolubility rule of alkaloids in *Corydalis ambigua*

ZOU Jie-ming, WANG Li-sheng, Yun Qiang

(Guilin Sanjin Pharmaceutical Group Co., Ltd., Guilin Guangxi 541004, China)

Key words *Corydalis ambigua* Cham. et Schlecht.; vinegar treatment; total alkaloids; UV spectrophotometry

延胡索历来多以其醋制品入药。醋制能使难溶于水的生物碱与醋结合成为易溶于水的醋酸盐,从而增加延胡索在水煎液中的总生物碱含量^[1]。延胡索主含的叔胺类生物碱难溶于水,但易溶于乙醇^[2],如果采用醇提工艺,醋制仍然必要吗?另外,如果以生药粉末入药,胃液中 pH 约为 2,醋制仍然必要吗?鉴于目前尚未见相关的研究报道,本实验对两个问题进行了初步探索。

1 试验材料

Lambda2紫外分光光度计,延胡索乙素对照品(中国药品生物制品检定所提供),延胡索药材(本公司提供,产于浙江),试剂均为 AR 纯

2 试验及结果

2.1 药材处理方法:取延胡索药材分为两份,一份直接破碎,另一份按 2000 年版《中华人民共和国药典》延胡索醋制方法进行炮制后破碎,分别筛选,取 10~20 目药材备用。

2.2 人工胃液的配制:取盐酸调节 pH 至 2

2.3 标准曲线的制备:取延胡索乙素 15 mg,精密称定,置 100 mL 量瓶中加入无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得对照品贮备液

分别精密量取 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL 对照品贮备液,于 10 mL 量瓶中用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,分别于 283 nm 处测定吸光度。以延胡索乙素浓度对吸光度回归,得标准曲线方程: $Y = 65.68X + 0.0766, r = 0.9999$

2.4 样品溶液的制备:取延胡索药材约 5 g,精密称定,于 100 mL 烧瓶中,精密加入溶媒 50.0 mL,一定温度下水浴回流一定时间后,过滤,取 2 mL 滤液于 50 mL 量瓶中加水稀释至刻度,摇匀,即得样品溶液,以水为空白,于 283 nm 处测定吸光度。

2.5 生物碱溶出曲线及总碱溶出速率方程:根据原始数据,分别作 3 种提取方法时间对总生物碱含量曲线,并拟合总碱溶出速率方程,见表 1 及图 1~3

表 1 延胡索总生物碱溶出速率方程

提取方法	制法	溶出速率方程	r
60%乙醇醇提	生品	$Y = 1.0021 \ln X + 1.0877$	0.9771
	醋制品	$Y = 1.4196 \ln X + 0.9377$	0.9962
37℃人工胃液浸出	生品	$Y = 0.2581 \ln X + 0.9548$	0.9660
	醋制品	$Y = 0.4006 \ln X + 1.2343$	0.9669
水煮	生品	$Y = 0.5459 \ln X + 0.3540$	0.9671
	醋制品	$Y = 0.5262 \ln X + 0.6586$	0.9832

2.6 三种提取方法对延胡索总生物碱溶出效果的对比:设定提取时间为 1 h,水煮后的延胡索生品中总生物碱的溶出量为 100%,结果见表 2

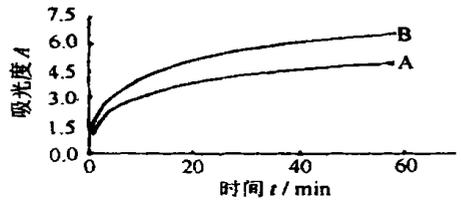


图 1 延胡索生品 (A) 和醋制品 (B) 60%乙醇醇提曲线

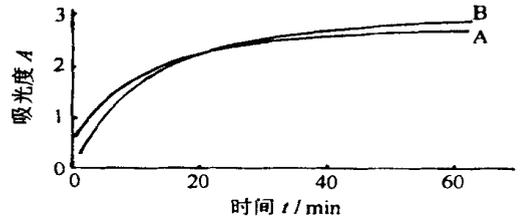


图 2 延胡索生品 (A) 和醋制品 (B) 人工胃液浸出提取曲线

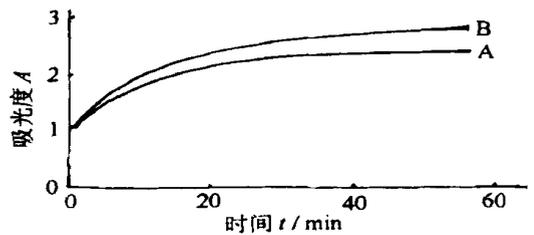


图 3 延胡索生品 (A) 和醋制品 (B) 水煮提取曲线

表 2 3 种提取方法所得总生物碱相对含量

方法	醇提	人工胃液浸出	水煮
生品	184%	77%	100%
醋制品	254%	103%	116%

3 讨论

通过比较水煮、醇提、人工胃液浸出 3 种情况下延胡索与醋延胡索的总生物碱溶出含量,证实:无论是水煮、醇提,还是人工胃液浸出,醋制品均有利于生物碱的溶出,说明传统的醋制工艺对延胡索的制剂具有较广泛的合理性;不论生品还是醋制品,醇提对总生物碱的溶出明显优于其它两种提取方法,提示在条件允许的情况下,对延胡索尽可能采用醇提工艺。

醋制有助于生物碱溶出,可能有两方面因素:一是醋与生物形成盐便于溶出;二是醋制有一个受热过程,使药材组织发生变性,增加细胞壁的通透性。至于二者分别对生物碱溶出的贡献率如何,有待进一步实验研究

参考文献:

[1] 刘冠军,张丽华,陈士兰,等.元胡炮制沿革及现代研究[J].时珍国医国药,1999,(7):525.
[2] 肖崇厚.中药化学[M].上海:上海科学技术出版社,1996.