

莲心碱及莲心碱高氯酸盐初步稳定性考察及 莲子心不同部位中莲心碱的含量测定

寿国香,周 军,安 彦,刘 冰*

(天津市药品检验所,天津 300070)

摘要:目的 考察了莲心碱及莲心碱高氯酸盐的稳定性;并测定了莲子心不同部位(幼叶和胚根)中莲心碱的含量。方法 采用反相离子对 HPLC法,通过两种不同流动相,确证了莲心碱及莲心碱高氯酸盐的纯度并考察了莲心碱及莲心碱高氯酸盐的稳定性。采用甲醇-水-冰醋酸-辛烷磺酸钠-乙酸钠(55:45:0.6:10 mmol/L:5 mmol/L)为流动相,以莲心碱高氯酸盐为对照品测定了莲子心不同部位(幼叶和胚根)中莲心碱的含量。结果 莲心碱在各种条件下均不稳定,对光照尤其敏感。而莲心碱高氯酸盐除对光照稍显不稳定外,在其他各种条件下均较稳定。莲子心幼叶中莲心碱的含量约为胚根中莲心碱的含量的4~5倍。结论 在含量测定时应采用莲心碱高氯酸盐作对照品;莲子心幼叶中莲心碱的含量显著高于胚根中莲心碱的含量。

关键词: 莲子心;莲心碱;莲心碱高氯酸盐

中图分类号: R282.6 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)07-0660-02

Preliminary investigation of stability for liensinine and liensinine perchlorate and determination of liensinine in different fractions of *Plumula Nelumbinis*

SHOU Guo-xiang, ZHOU Jun, AN Yan, LIU Bing

(Tianjin Institute for Drug Control, Tianjin 300070, China)

Key words *Plumula Nelumbinis*; liensinine; liensinine perchlorate

莲心碱为白色无定形粉末,是中药材莲子心中主要有效成分之一,莲心碱高氯酸盐为白色针状结晶,是莲心碱与高氯酸相结合生成的季胺盐衍生物。早在60年代赵志远等就从莲子心中分离出莲心碱,其后并得到了其衍生物莲心碱高氯酸盐,但两者的稳定性至今未见报道。为提高中药材莲子心的质量标准,需要测定其中有效成分的含量,而获得高纯度稳定性好的对照品是进行含量测定的必要条件之一。为此本文在对提取分离获得的莲心碱和莲心碱高氯酸盐通过四大光谱进行结构确证的基础上^[1],采用RP-HPLC法进行了纯度检查和初步稳定性试验的考察。此外市售莲子心时,有时将幼叶和胚根分开出售,且价格相差较大,幼叶的价格高于胚根,是否与其中有效成分含量的高低有关,我们采用莲心碱高氯酸盐做对照品测定了莲子心不同部位主要共有的有效成分莲心碱的含量。

1 仪器及试剂

1.1 仪器: Waters 高效液相色谱仪, Waters 2487 紫外可见检测器, CR-6A 积分仪

1.2 试剂: 甲醇(河北廊房兴科化工有限公司,优

级纯),乙腈(天津市康科德科技有限公司,色谱纯),水为双蒸水,其余均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: 日本 TOSOH TSK-GEL-ODS-80TM (10 μ m, 4.6 mm $\times$ 250 mm);流动相: (1) 甲醇-水-冰醋酸-辛烷磺酸钠-乙酸钠(55:45:0.6:10 mmol/L:5 mmol/L), (2) 乙腈-水-十二烷基磺酸钠-冰醋酸(55:45:15 mmol/L:1);柱温: 40 $^{\circ}$ C;流速: 1 mL/min;检测波长: 282 nm

3 实验方法与结果

3.1 对照品溶液的制备: (1)精密称取莲心碱对照品适量,加流动相制成0.075 mg/mL莲心碱的溶液,作为对照品溶液。(2)精密称取莲心碱高氯酸盐对照品适量,加流动相制成1.0 mg/mL莲心碱高氯酸盐的溶液,作为对照品溶液(每1 mg莲心碱高氯酸盐相当于0.7365 mg莲心碱)。

3.2 纯度测定方法及结果: 分别采用流动相(1)及(2),将对照品溶液(1)及(2)各20 μ L注入液相色谱中,均获得单一,满量程3倍量的平头峰,采用面积归一化法,测定结果: 莲心碱的纯度为

99.64% ,莲心碱高氯酸盐的纯度为 99.81%。

3.3 初步稳定性试验的考察:将上述纯度的莲心碱和莲心碱高氯酸盐分别置于下列环境中: A. 光照, B. 相对湿度 75% , C. 相对湿度 90% , D. 温度 40℃ ,分别放置 5 d, 10 d 取出后,按上述对照品溶液的制备方法制备供试品溶液,采用乙腈-水-十二烷基磺酸钠-冰醋酸 (55∶45∶15 mmol/L∶1) 为流动相,取供试品液 20 μL 注入液相色谱中,采用面

表 1 稳定性考察结果

名 称	初始值	光 照		相对湿度 75%		相对湿度 90%		温度 40℃		避光室温放置 1年
		5 d	10 d	5 d	10 d	5 d	10 d	5 d	10 d	
莲心碱 (%)	99.6	77.7	64.5	98.2	97.8	98.1	97.9	98.3	97.5	90.0
莲心碱高氯酸盐 (%)	99.8	98.6	96.8	99.4	99.6	99.6	99.7	99.7	99.6	99.7

表 2 7个产地莲子心不同部位莲心碱含量 (%)

产 地	建德	白洋淀	湖南	福建	南京	四川	自采 (白洋淀)
幼叶	1.55	0.55	0.46	1.42	1.59	0.28	1.33
胚根	0.37	0.12	0.13	0.28	0.29	0.06	0.38

4.1 从表 1 试验结果不难看出纯品莲心碱在各种条件下均不太稳定,对光照尤其敏感。而莲心碱高氯酸盐除对光照稍显不稳定外,在其他各种条件下均较稳定。因此在制定质量标准,测定莲心碱含量时,从对照品的发放、运输和储存的角度出发,应选用莲心碱高氯酸盐作为对照品。从莲心碱对光不稳定特性也得到启示,在莲子心晾制过程中,为避免有效成分的破坏,应避免爆晒,以阴干为好。

4.2 从表 2 试验结果不难看出各地莲子心中莲心碱的含量相差较大,但幼叶中莲心碱的含量约为胚

积归一化法,测定纯度结果,如表 1

3.4 莲子心不同部位莲心碱含量测定:分别取 7 个产地的样品,按拟定的方法^[2]采用甲醇-水-冰醋酸-辛烷磺酸钠-乙酸钠 (55∶45∶0.6∶10 mmol/L∶5 mmol/L) 为流相,以莲心碱高氯酸盐做对照品测定了莲子心不同部位 (幼叶和胚根) 主要共有的有效成分为莲心碱含量。结果如表 2

4 讨论

根中莲心碱的含量的 4~5 倍是固定的,也初步阐明了幼叶的价格高于胚根的原因,因此在实际工业化生产中,可去掉胚根,直接采用叶部提取莲心碱,具有省时、经济、节约试剂等优点,对工业生产有一定参考价值

参考文献:

[1] 郭毛娣,陈兰贵. 中国大陆产莲子心中生物碱成分的研究[J]. 中草药, 1984, 15 (7): 3-5.

[2] 寿国香,刘 冰,周立红,等. 离子对反相 HPLC法测定十个产地莲子心中莲心碱的含量[J]. 中草药, 2001, 32 (11): 989-990.

香鳞毛蕨的生药学研究

沈志滨,金哲雄,张德连,刘建军,孙 婷*
(哈尔滨商业大学 制药工程系,黑龙江 哈尔滨 150076)

摘 要:目的 为香鳞毛蕨的鉴别与开发利用提供依据。方法 形态、性状与显微鉴定。结果 首次阐明香鳞毛蕨的形态学理论。结论 研究结果可为制订香鳞毛蕨的质量标准提供依据。

关键词: 香鳞毛蕨;植物形态;显微鉴定

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2002)07-0661-03

Pharmacognostical studies on *Dryopteris fragrans*

SHEN Zhi-bin, JIN Ze-xiong, ZHANG De-lian, LIU Jian-jun, SUN Ting

(Department of Pharmaceutical Engineering, Harbin Commercial University, Harbin 150076, China)

Key words *Dryopteris fragrans* (L.) Schott; plant morphology; microscopic identification

收稿日期: 2001-12-12

基金项目: 黑龙江省自然科学基金 (D01-19)

作者简介: 沈志滨 (1964-),女,山东省莱州市人,硕士,讲师,研究方向为天然药物化学与生药学。