HPLC 法测定复方黄芪胶囊中东莨菪碱

张 丽[1]，马 莉[2]，龚海英[1]，李灵芝[1]

(1. 武警医学院 药化教研室，天津 300162；2. 天津药物研究院，天津 300193)

复方黄芪胶囊是根据中医药戒毒理论，以高效、速效、低毒、安全为原则制定的有效处方，由黄芪、玄参、元胡、洋金花、赤芍、白芷等 10 余味中药组成。洋金药中有效成分为东莨菪碱。本实验采用反相离子对 HPLC 法对东莨菪碱进行测定，结果满意。

1 仪器与试药

日本岛津 LC—6A 型 HPLC 系统，岛津 SPD—6AV 紫外-可见可变波长检测器，C—R3A 数据处理机；十万分之一微量分析天平。乙腈为色谱纯，其余均为分析纯，氢溴酸东莨菪碱对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 0049-9507)，复方黄芪胶囊由本室自制。

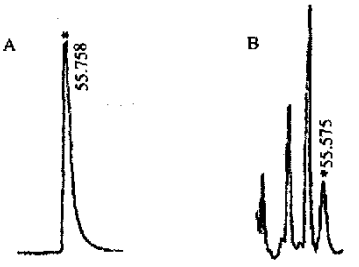
2 方法与结果

2.1 色谱条件[1,2]：色谱柱：Kromasil C_{18} 柱(150 mm×4.6 mm，5 μm，中国科学院大连化学物理研究所)；流动相：乙腈-20 mmol/L 磷酸盐缓冲液(pH 2.8)(12∶88，含 3 mmol/L 十二烷基磺酸钠)；体积流量：0.6 mL/min；检测波长：210 nm；灵敏度：0.08 AUFS；柱温：40 ℃；进样量：20 μL。

2.2 供试品溶液的制备：本品 80 ℃干燥至恒重，取 3.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入甲醇 50 mL，氨试液调节 pH 9～10，超声提取 4 次(30、45、60、80 min)，合并提取液，滤过，滤液蒸干，残渣加入 0.5 mol/L 醋酸 10 mL 充分溶解，转移至分液漏斗，用氯仿萃取 2 次(20、10 mL)，弃去氯仿层，水层用 0.5 mol/L NaOH 调至 pH 9～10，再以乙醚萃取 4 次(35、25、10、10 mL)，合并乙醚液，蒸干乙醚，以甲醇多次溶解，定容至 10 mL 量瓶，摇匀，用微孔滤膜(0.45 μm)滤过，取滤液作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备：精密称取 80 ℃干燥至恒重的氢溴酸东莨菪碱对照品 10.03 mg，置 10 mL 量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。精密吸取 1 mL 置 10 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

2.4 系统适用性试验：分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液各 20 μL，注入 HPLC 仪，测定。结果表明，供试品溶液色谱图中含有与东莨菪碱保留时间相同的吸收峰，且东莨菪碱峰与相邻杂质峰分离度大于 1.5，可达到基线分离，色谱柱理论塔板数以东莨菪碱计不低于 2 000，见图 1。



*-东莨菪碱

*-scopolamine

图 1 东莨菪碱(A)和复方黄芪胶囊(B)HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of scopolamine (A) and Compound Huangqi Capsule (B)

2.5 线性关系考察：分别精密量取氢溴酸东莨菪碱对照品溶液 0.1、0.2、0.5、0.75、1.0 mL，置 1 mL 量瓶中，加双蒸注射用水稀释至刻度，摇匀，测定东莨菪碱色谱峰面积。以东莨菪碱的量为横坐标，峰面积为纵坐标，进行线性回归，得回归方程 $Y=14\,253.425\,6X-7\,541.653\,2$，$r=0.999\,6$。结果表明，在 3.740 9～69.417 6 μg/mL 线性关系良好。

2.6 精密度试验：精密吸取同一供试品溶液(批号 020418)溶液 20 μL，重复进样 6 次，测定，计算东莨菪碱的质量分数，结果其 RSD 为 1.74%。

2.7 重现性试验：精密吸取同一批样品(批号 020418)，平行制备 6 份供试品溶液，各进样 20 μL，测定，计算东莨菪碱平均质量分数为 80.62 μg/g，其 RSD 为 2.18%。

2.8 回收率试验：采用加样回收法。取批号为 020418 的样品 5 份，每份 1.5 g，置具塞锥形瓶中，各精密加入东莨菪碱对照品溶液 40.120 μg/mL 3.0 mL，制备供试品溶液，进样，测定。结果东莨菪碱平均加样回收率为 97.33%，RSD 为 2.40%。

2.9 样品测定：取 3 批复方黄芪胶囊制备供试品溶

收稿日期：2005-01-08

作者简介：张 丽(1973—)，女，天津人，讲师，硕士，主要从事药物分析研究。E-mail：langshuo@sina.com

液。精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL，进样，测定，结果见表 1。根据结果，暂定本品以干燥品计，含东莨菪碱不得少于 60 μg/g。

表 1 复方黄芪胶囊中东莨菪碱的测定结果 (n=5)

Table 1 Scopolamine in Compound Huangqi Capsule (n=5)

批 号	东莨菪碱/(μg·g^{-1})	RSD/%
020418	81.97	3.27
020419	77.11	2.36
020420	78.77	2.93

3 讨论

东莨菪碱为本品君药之一洋金花的有效成分，既是效应物质，又有一定的毒副作用，因此需要对其定量。东莨菪碱在酸性条件下解离成阳离子，在反相柱上保留时间短，峰形不好，而采用反相离子对色谱法可以克服保留时间短、分离差、峰拖尾严重等缺点，达到调整保留时间，提高分离度，改善峰形的目的。

References:

[1] He Z J, He Z H. Determination of scopolamine in *Flos Daturae* by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1999, 19 (3): 174-176.

[2] Bian J, Cai D G. Determination of scopolamine and strychnine in Jinma Tongluo Capsules by RP-HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2000, 20 (1): 48-50.

桑白皮中总黄酮提取工艺研究

张国刚[1,2]，黎琼红[2]，李乐道[2]，张红霞[2]，鲁曼华[3]，阎泉香[4]

(1. 复旦大学药学院，上海 200032；2. 沈阳药科大学 天然药物化学教研室，辽宁 沈阳 110016；
3. 沈阳军区总医院，辽宁 沈阳 110015；4. 沈阳广播电视大学，辽宁 沈阳 110003)

桑白皮是桑科桑属植物桑 *Morus alba* L. 的干燥根皮，有泻肺平喘、利水消肿之功效，民间常用于消炎、利尿、解热、镇咳祛痰等。药理研究表明桑白皮有降压、抗癌、抗病毒等作用。常见的桑属植物桑、华桑、鸡桑、蒙桑、黑桑等的枝、叶、根均可入药。桑属植物的化学成分类似，主要含有黄酮类化合物，包括桑酮、桑酮醇、桑根酮、桑根酮醇、桑素、桑皮根素等[1]。为有效开发和充分利用桑白皮，本实验采用均匀设计方法对其提取工艺进行了研究。

1 材料与仪器

桑白皮药材购自沈阳博康大药房，经鉴定为桑科桑属植物桑 *M. alba* L. 的干燥根皮。

UV—200 紫外可见分光光度计(尤尼柯(上海)有限公司)；1/10 万电子分析天平(日本岛津公司)；超声振荡仪(中船七院七二六所超声仪器厂)；色谱用聚酰胺(台州市路桥四甲生化塑料厂)。

2 方法与结果

2.1 提取工艺：将桑白皮 100 g 加入一定量的水，煎煮一定时间，滤过。将滤渣加入一定量的水，煎煮一定时间，滤过。合并两次水煎液，再滤过，滤液通过 30～60 目聚酰胺色谱柱，用 2 倍保留体积的水洗脱，然后依次用一定保留体积的乙醇洗脱，收集乙醇洗脱液。回收乙醇，得桑白皮总黄酮提取物。

2.2 均匀设计[2]：由于采用聚酰胺来分离总黄酮，因此，药材提取时加水量(药材倍数)、煎煮时间、聚酰胺用量(干重，药材倍数)、乙醇洗脱体积分数及用量(柱保留体积数)都能影响总黄酮的收率，因此选择作为因素考察。按提取工艺，将影响提取率的 5 个因素分成 5 个水平按均匀设计法进行提取工艺筛选。由于没有 $U_{10}(10^5)$表，所以选用 $U_{11}(11^{10})$表。因为只有 5 因素，因此，换算成 $U_{10}(10^5)$表。$U_{10}(10^5)$表是将 $U_{11}(11^{10})$表的最后一行去掉所得。所得 $U_{10}(10^5)$均匀设计统计表及相应的结果见表 1。

表 1 $U_{10}(10^5)$均匀设计试验结果

Table 1 Results of $U_{10}(10^5)$ uniform design

试验号	加水量 X1/倍	煎煮时间 X2/h	聚酰胺用量 X3/倍	乙醇体积分数 X4/%	乙醇用量 X5/倍	收率/%	总黄酮收率/%	总黄酮/g
1	1(8)	2(1.5)	3(0.75)	5(100)	7(3)	4.03	17.13	0.69
2	2(10)	4(2.5)	6(0.25)	10(100)	3(4)	2.30	21.32	0.49
3	3(12)	6(1.0)	9(1.0)	4(80)	10(6)	3.82	34.86	1.33
4	4(14)	8(2.0)	1(0.25)	9(80)	6(2)	1.58	13.28	0.21
5	5(16)	10(3.0)	4(1.0)	3(60)	2(3)	9.78	9.00	0.61
6	6(8)	1(1.0)	7(0.5)	8(60)	9(5)	3.88	22.97	0.89
7	7(10)	3(2.0)	10(1.25)	2(40)	5(6)	19.97	6.01	1.20
8	8(12)	5(3.0)	2(0.5)	7(40)	1(2)	4.80	8.95	0.43
9	9(14)	7(1.5)	5(1.25)	1(20)	8(4)	19.04	4.99	0.95
10	10(16)	9(2.5)	8(0.75)	6(20)	4(5)	41.14	2.99	1.25

依据上述提取条件进行10次试验，得到10组

(下转第 1727 页)

收稿日期：2005-01-18

作者简介：张国刚(1965—)，男，辽宁沈阳市人，副教授，博士，复旦大学在职博士后，主要从事天然产物化学研究和抗病毒中药研究。
Tel：(024) 23986511 E-mail：zggth@163.com zhangguogang@hotmail.com