(续表 1)

编 号	名 称	产 地	总黄酮 含量 /%	RSD / %	炮制收率 / %	* 折算升高 率 / %
15	醋炙香附	山东	1.54	2.01	99.93	15.79
16	生品香附	浙江	1.26	1.32	-	-
17	醋炙香附	浙江	1.47	0.98	103.00	19.84
18	生品香附	河南社旗	2.33	1.74	-	-
19	醋炙香附	河南社旗	2.64	0.81	99.17	12.45
20	生品香附	云南大理	1.46	1.55	-	-
21	醋炙香附	云南大理	1.56	0.85	99.33	6.16

* 折算升高率 = (炮制品含量 × 炮制收率 - 生品含量) / 生品含量 × 100%

4 讨论

4.1 在测定香附总黄酮过程中,发现挥发油对测定有一定影响,未去除挥发油的溶液加亚硝酸钠、硝酸铝和氢氧化钠显色时,会产生红色絮状沉淀,影响吸光度的测定。作者对比了两种去除挥发油方法的显色效果,即先以石油醚索式提取脱除和以石油醚萃取去除,结果两种方法效果基本一致,故选取了后一种去除方法。

4.2 不同产地香附生品和醋炙品中总黄酮含量均较高,其中河南社旗的最高,生品为 2.33%,醋炙品为 2.64%。大多数地区含量在 1.00% 以上。

4.3 各地香附经醋炙后总黄酮含量均明显升高,按炮制后收率计算,多数升高率在 12.45% ~ 19.84%,说明醋炙能增加香附有效部位总黄酮的溶出。本研究从非挥发性成分方面为探讨香附醋炙的目的提供了一定参考。

参考文献:

[1] 明·李时珍.本草纲目[M].北京:人民卫生出版社,1982:888-894.
 [2] 江苏新医学院编.中药大辞典(上册)[M].上海:上海人民出版社,1977:1672-1674.
 [3] 中国药典[S].一部.2010:241-242.

[4] 黄险峰,彭国平.香附的化学成分及药理研究进展[J].中药材,2003,26(1):65-68.
 [5] 吴希,夏厚林,黄立华,等.香附化学成分研究[J].中药材,2008,31(7):990-992.
 [6] 杨培民.香附最佳炮制品规格的实验研究[J].辽宁中医杂志,1991,(4):37-38.
 [7] 杨明,孙巧兰.醋炙对香附中 α -香附酮溶出的影响[J].中药材,1991,14(4):30-31.
 [8] 孙景卫,李光胜,吕绍方,等.不同规格香附及炮制品的质量研究[J].现代中药研究与实践,2003,17(2):24.
 [9] 徐黔江,王颖,李寒,等.醋炙香附与生品香附挥发油成分的比较[J].贵阳医学院学报,2006,31(5):413-415.
 [10] 陈胜璜,蒋孟良,袁于军,等.香附不同炮制品中 α -香附酮的含量测定[J].中成药,1999,21(7):349-350.
 [11] Kilani S, Ammar R B, Bouhleb I et al. Investigation of extracts from (Tunisian) *Cyperus rotundus* as antimutagens and radical scavengers [J]. *Environ Toxicol Pharmacol*, 2005, 20:478-484.
 [12] Mengi S A, Patel P, Shah C U. Assessment of hydroalcoholic extract of *Cyperus rotundus* in high fat diet induced hyperlipidaemia in rats [J]. *Atheroscler Suppl*, 2008, 9(1):222.
 [13] 李英霞,刘春农,张泰,等.不同地区市售香附饮片总黄酮含量测定[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(14):73-75.

苦参药材质量标准研究

李 毅, 王 飞, 吴 民

(新疆克拉玛依市中心医院,新疆 克拉玛依市 834000)

关键词:苦参; HPLC; TLC; 质量标准

摘要:目的:建立测定苦参药材中苦参碱、氧化苦参碱含量的高效液相色谱法及薄层色谱法。方法:采用 Waters XTerra™ RP₁₈ (250 mm × 4.6 mm 5 μm) 色谱柱,柱温:25℃;流动相为 0.02 mol/mL 乙酸-乙腈 (60:40),流速:1.0 mL/min;检测波长为 220 nm。薄层色谱法:2% NaOH 碱性硅胶板,展开剂氯仿-甲醇-H₂O = 7:2:1。结果:苦参碱在 0.02 ~ 0.40 mg/mL 范围内线性关系良好 (r = 0.999 5);平均加样回收率为 98.3%,RSD 为 1.7% (n = 6);氧化苦参碱在 0.01 ~ 0.20 mg/mL 范围内线性关系良好 (r = 0.999 7);平均加样回收率为 98.3%,RSD 为 2.6% (n = 6)。薄层展开显示相同斑点。

收稿日期:2010-05-16

作者简介:李毅(1975-),男,主管药师,硕士生。Tel:(0990)6861364 E-mail:yjkliyi@sohu.com

结论:该方法简便易行,结果准确可靠,可适用苦参药材的质量控制。

中图分类号:R 927.2

文献标识码:B

文章编号:1001-4528(2011)02-0363-02

药用苦参为豆科植物苦参 *Sophora flavescens* Ait. 的干燥根,具有清热燥湿、祛风杀虫、利尿等功效。经药理实验和临床观察证明,其中主要含生物碱成分,同时还含黄酮、醌类等成分。其中苦参碱(matrine)为其有主要有效成分之一,具有抗肿瘤、平喘和抑菌作用;氧化苦参碱具有抗肿瘤、平喘等作用。黄酮类成分具有抗心律失常及抗真菌作用。本试验采用 HPLC 法对中药苦参进行了高效液相色谱法的测定研究。

1 药材与设备

1.1 药材及材料 苦参药材由沈阳药科大学孙启时教授鉴定为豆科植物苦参 *Sophora flavescens* Ait. 的干燥根。苦参碱对照品(供含量测定用)购于中国药品生物制品检定所,批号 110805-200306。氧化苦参碱对照品(供含量测定用)购于中国药品生物制品检定所,批号 0780-200004。

1.2 色谱条件 色谱柱:Waters XTerra™ RP₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:0.02 mol/mL 乙酸-乙腈(60:40);检测波长:220 nm;流速:1.0 mL/min;柱温:25 °C;进样量:20 μL。

1.3 仪器 岛津-2010CHT 高效液相色谱仪(日本岛津公司);Lc-solution 工作站(日本岛津公司提供);Mettler AE 163 电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司)。

1.4 检测波长的选择 参考 2005 版中国药典中药材“苦参”含量测定项下色谱条件与系统适用性试验:检测波长为 220 nm,故选择检测波长为 220 nm。

2 样品的制备

2.1 对照品溶液的制备

取苦参碱对照品、氧化苦参碱对照品适量,精密称定,加 0.02 mol/mL 乙酸-乙腈(60:40)溶解,制成每 1 mL 含 0.1 mg 的苦参碱溶液,氧化苦参碱 1 mg 的溶液。

2.2 供试品溶液的制备

取苦参药材,研细,精密称取,置于 100 mL 量瓶中,加浓氨水 2 mL 浸润,加二氯甲烷 60 mL,超声处理 30 min,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 0.5 mL 使溶解,作为供试品溶液。

3 方法学考察

3.1 线性范围的考察

标准曲线的绘制:精密量取苦参碱溶液 0.25、1.25、2.50、5.00、7.50 mL 至 10 mL 量瓶加 0.02 mol/mL 乙酸-乙腈(60:40)定容至 10 mL,得浓度 0.002 5、0.012 5、0.025、0.050、0.075 mg/mL 浓度的对照品溶液。

精密量取氧化苦参碱溶液 0.50、1.25、2.50、5.00 mL 至 10 mL 量瓶加 0.02 mol/mL 乙酸-乙腈(60:40)定容至 10 mL,得浓度 0.050、0.125、0.250、0.500 mg/mL 浓度的对照品溶液。

结果表明苦参碱在 2.5~75 μg/mL 范围内,进样量与峰

面积呈良好的线性关系 $y = 1.35e^{-7}x + 1.84e^{-4}$, $r = 0.9999$ 。

氧化苦参碱在 50~1 000 μg/mL 范围内,进样量与峰面积呈良好的线性关系 $y = 1.43e^{-7}x + 1.64e^{-3}$, $r = 0.9999$ 。

3.2 回收率试验 精密称取已知含量样品 9 份,分别精密加入适量氧化苦参碱对照品,按供试品溶液制备方法处理,依次测定,计算回收率,苦参碱平均回收率 99.1%,RSD 为 4.7%。氧化苦参碱平均回收率 99.9%,RSD 为 2.1%。

3.3 精密度试验 取粉末适量,按供试品溶液的制备方法制得供试溶液 1 份,在同样色谱条件下,连续进样 5 针,进样量为 20 μL,依次测定,记录峰面积,得苦参碱 RSD 为 0.65%;氧化苦参碱 RSD 为 0.70%。显示精密度良好。

3.4 重复性试验 取粉末,按供试品溶液的制备方法制得供试溶液 6 份,在同样色谱条件下进样,进样量为 20 μL,依次测定,得苦参碱平均含量为 1.455 6 mg/g, RSD 为 2.80%;氧化苦参碱平均含量为 12.235 5 mg/g, RSD 为 1.33%。

3.5 稳定性试验 取适量,按供试品溶液的制备方法制得供试溶液 1 份,室温下放置,每隔 0.1、2、4、8、16 h,分别进样 20 μL,依次测定峰面积,计算相对标准偏差,苦参碱与氧化苦参碱含量总和 RSD 为 1.03%。

4 薄层色谱

苦参药材粉碎,取 1 g 粉末,加浓氨水 2 mL 浸润,加二氯甲烷 60 mL,超声处理 30 min,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 0.5 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取槐定碱、苦参碱、氧化苦参碱对照品,分别加乙醇制成每 1 mL 各含 1 mg 的溶液作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 版附录 VIB)试验,吸取上述制备溶液各 4 μL,分别点于同一用 2% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(7:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

5 结论

该方法简便易行,结果准确可靠,可适用苦参药材的质量控制。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 苗明山,李振国.现代实用中药质量控制技术[M].北京:人民卫生出版社,2000.
- [3] 孟宪纤.中成药分析[M].2版.北京:人民卫生出版社,1998.
- [4] 李建业.中成药薄层色谱分析[M].天津:天津科学技术出版社,1991.
- [5] 董方言.现代实用中药新剂型新技术[M].北京:人民卫生出版社,2001.