

毛细管电泳法测定四味土木香散中 氧化苦参碱的含量

陈玉花^① 席海山^a

(内蒙古民族大学化学学院 内蒙古通辽市 028043)

^a(内蒙古民族大学分析测试中心 内蒙古通辽市 028043)

摘 要 毛细管电泳法测定四味土木香散中氧化苦参碱的含量。苦参碱的线性范围为:25—150 μ g/mL 相关系数为 0.9998;线性方程为 $y=0.742268x-3.4708$ 。RSD($n=5$)为 0.45%;平均回收率为 99.76%。该法简便、快速、结果准确、重现性好。

关键词 毛细管电泳,四味土木香散,氧化苦参碱。

中图分类号:O657.7

文献标识码:B

文章编号:1004-8138(2006)01-0078-03

1 前言

四味土木香散(查干汤)是由土木香(200g)、苦参(200g)、珍珠杆(100g)、山柰(50g)而组成的,具有清瘟解表,用于瘟病初期,发冷发热,头疼咳嗽,咽喉肿痛,胸胁作痛作用的蒙成药。其中豆科槐属植物苦参(*Sophara Flavescens Ait.*)的干燥根,苦,寒,归心,肝,胃,大肠。具有清热、祛湿、杀虫、利尿之效。用于热痢、便血、黄疸尿闭、赤白带下,湿疹,皮肤瘙痒。苦参中主要含生物碱成分,同时还含苦黄酮类,醌类成分^[1]。生物碱中氧化苦参碱含量较高。多作为控制质量的有效成分。对生物碱的测定有毛细管电泳法(CE)和高效液相色谱法(HPLC)等^[2-4],本文采用毛细管电泳法对四味土木香散中氧化苦参碱的含量进行测定,结果表明:该法操作简便,快速,准确,适于对四味土木香的质量控制。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

Capel-105 Lumex 高效毛细管电泳仪(俄国 Lumex 公司),电子天平,四味土木香(内蒙古蒙药股份有限公司提供、产品批号为 050302 1425);氧化苦参碱的对照品(购自中国药品生物检定所),其他试剂均为分析纯。

2.2 对照品和供试品溶液的制备

称取氧化苦参碱 5.0mg,加入无水乙醇定容于 10mL 容量瓶中,制备 0.50mg/mL 氧化苦参碱的对照品溶液。

将四味土木香散,准确称取 0.2g,至 50mL 容量瓶中加入氯仿 25mL、浓氨试液 1mL,密塞后振摇放置 24h 后超声萃取 2 次每次超声 30min;过滤后留下的残渣用 10mL 2% HCl 再提取 2 次,过滤后滤液中加滴氨水,溶液呈碱性。然后用适量氯仿萃取 2 次;合并氯仿液。置 65℃ 水浴蒸干。残渣用乙醇定容至 10mL,得供试品溶液。

^① 联系人,电话:(0475)8102818;E-mail:chenyh775@yahoo.com.cn

作者简介:陈玉花(1971—),女,内蒙古通辽市人,讲师,主要从事蒙药成分分析研究。

收稿日期:2005-10-17;接受日期:2005-11-07

2.3 实验方法

毛细管在使用前,分别用 0.1mol/L NaOH 溶液、 H_2O_2 缓冲溶液冲洗 30、15、15min,每次测定后,依次用上述溶液洗 3min。进样压力 $30 \times 10^2 Pa$,进样时间 15.0s,分离电压 12.0kV。实验在恒温 (30℃) 的条件下进行。该条件下测定氧化苦参碱对照品及四味土木香散供试品溶液进行毛细管电泳分析。

3 结果与讨论

3.1 毛细管电泳条件

缓冲溶液为 20mmol/L 的 Tris-40mmol/L NaH_2PO_4 -20% 异丙醇(用磷酸调到 pH=5.5);检测波长 200nm;分离电压为 12kV(正电压),进样(压力 $30 \times 10^2 Pa$)15s,每次进样前分别用 0.1mol/L HCl 0.1mol/L NaOH 和缓冲溶液冲洗 3min,然后进样分析。

3.2 标准样品和被测样品的毛细管电泳图

标准样品和被测样品的毛细管电泳图见图 1、图 2。

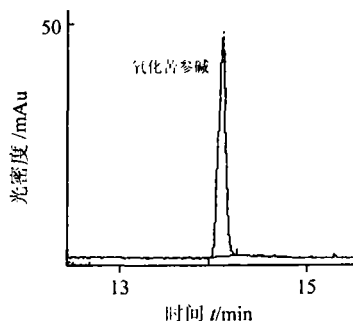


图 1 氧化苦参碱标准样品

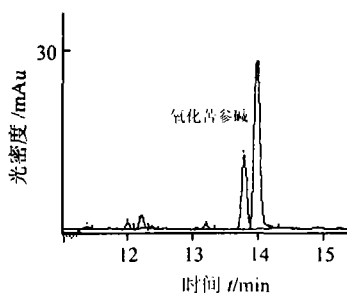


图 2 四味土木香散供试品

3.3 绘制校准曲线

分别吸取浓度为 25、50、75、100、150 $\mu g/mL$ 的氧化苦参碱对照品溶液,按毛细管电泳条件测定,所得氧化苦参碱峰面积和浓度 ($\mu g/mL$) 作校准曲线。校准曲线方程为 $y=0.742268x-3.4708$; $r=0.9998$ 。

3.4 样品含量测定

按供试品溶液的制备 5 份四味土木香散,制备成溶液,按毛细管电泳方法测定得到的每克四味土木香散中的氧化苦参碱含量和 RSD%,见表 1。

表 1 氧化苦参碱含量测定值

(mg/g)

次数	1	2	3	4	5	平均值	RSD(n=5)
氧化苦参碱	2.52	2.51	2.53	2.52	2.50	2.516	0.45%

3.5 回收率试验

采用加入回收法,在已知含量的样品中准确加入一定量的氧化苦参碱对照品,按供试样品的处理和毛细管电泳条件测定,结果见表 2。

表 2 氧化苦参碱的加标回收结果

检测项	原有值 (mg/g)	加入量 (mg/g)	平均测定量 (mg/mL)	平均回收率(%) (n=5)
氧化苦参碱	2.516	2.0	4.510	99.76

4 结论

实验表明,上述建立的优选条件可使四味土木香散中的氧化苦参碱,14min 内实现基线分离。此实验操作具有分离时间更短,杂质干扰更少,使用有机溶剂少,操作简便的优点,是一种很有应用前景的分析方法。

参考文献

- [1] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典,一部[M]. 北京:化学工业出版社,2000. 161.
- [2] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京:人民卫生出版社,1997. 390.
- [3] 王峻梅,翟海云,陈继光等. 毛细管电泳高频电导法测定苦参中的苦参碱和氧化苦参碱[J]. 分析试验室,2004,23(5):31-33.
- [4] 王丽君,白春洁等. 薄层扫描法测定蒙药 4 味土木香散中苦参碱及氧化苦参碱的含量[J]. 民族医药杂志,2002,(55):110-112.

Determination of Oxymatrine in Compound *Sophara Flavescens Ait* by Capillary Electrophoresis

CHEN Yu-Hua Xi Hai-Sha^a

(College of Chemistry, Inner Mongolia University for the Nationalities, TongLiao, Inner Mongolia 028043, P. R. China)

^aCenter of Forecasting and Analysis, Inner Mongolia University for the Nationalities, TongLiao, Inner Mongolia 028043, P. R. China

Abstract A new capillary electrophoresis method has been proposed for quantitative analysis of oxymatrine in compound *Sophara Flavescens Ait*. Oxymatrine showed a good linearity between 25. 0—150 μg/mL with the correlation coefficient 0. 9998, $y = 0. 742268x - 3. 4708$. The relative standard deviation is 0. 45%. The recoveries are in the range of 97. 31%—103. 65%. The result indicated that the method was simple, rapid, accurate, reliable and reproducible.

Key words Capillary Electrophoresis, *Sophara Flavescens Ait*, Oxymatrine.

关于征收报名费的通知

各有关作者:

从 2006 年 1 月 1 日起,本刊开始征收报名费,即:向本刊投稿的作者,请同时汇寄报名费(10 元/篇)。由于款额较小,请作者务必用邮票支付,即将邮票 10 元/篇装入信封中,邮寄到本刊联络处,地址:北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林,邮编:100095。

本刊继续免收审理费,但审理后录用又撤稿者,下次投稿时须交审理费。

特此通知

《光谱实验室》编辑部

2006 年 1 月 1 日