

中药苦参汤中氧化苦参碱的含量测定

李 锦(天津中医学院 天津 300193)

郭俊华 王 锐(天津中医研究所 天津 300193)

摘要 将苦参汤浸膏经索氏提取,硅胶预滤柱精制后,用 TLC-比色法测定其中氧化苦参碱的含量,测定波长 $\lambda=418\text{nm}$,回归方程 $C=15.8845a-0.07578$, $r=0.9992$, $n=3$ 。

关键词 氧化苦参碱 硅胶预滤柱 TLC-比色法

Determination of Oxymatrine in Kushen Decoction

Li Jin, Guo Junhua, Wang Rui (Tianjin College of TCM, Tianjin, 300193)

Abstract: After extract of Kushen Decoction was concentrated in Soxhlet extract method, it was purified by silica-gel pre-filter column. The determination of Oxymatrine was carried out by TLC-identification. The detection wavelength was $\lambda=418\text{nm}$ and regression formula was $C=15.8845a-0.07578$ and $r=0.9992$ $n=3$.

Key words: Oxymatrine, TLC-identification, Silica-gel pre-filter column

苦参汤为中医传统方剂,由苦参、蛇床子、黄柏等中药组成,具有清热燥湿,祛风杀虫之功效。临床上常用苦参汤制成各种剂型。为了保证中药制剂的质量,选其君药苦参中的氧化苦参碱为质量控制标准加以研究。有关氧化苦参碱在单味药中含量测定方法较多^[1~4],而在复杂方剂中其测定方法的报道并不多见。苦参汤中多种化学成分相互干扰,直接薄层层析分离效果不佳,故本文采用硅胶预滤柱处理提取液后,再用薄层层析比色法测定,结果满意。

1 实验部分

1.1 仪器药品及试样 721 分光光度计(上海第三分析仪器厂);254nm 紫外灯(南开大

学五金厂);硅胶预滤柱(河北省津杨滤材厂);硅胶 G(青岛海洋化工厂);氧化苦参碱对照品(北医大药学院);苦参汤浸膏(天津中医研究所提供);试剂均为分析纯。

1.2 标准曲线的绘制

1.2.1 标准液的配制 精密称取干燥至恒重的氧化苦参碱 6.5mg,置 2ml 容量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度摇匀。

1.2.2 标准曲线的绘制 用微量注射器精取氧化苦参碱标准液 0、10、15、20、25、30 μl ,置 50ml 三角瓶中,精密加入 pH 7.6 的 0.0125% 溴麝香草酚兰缓冲溶液 12.00ml 及氯仿 12.00ml,具塞,充分振摇 2min 后,移入分液漏斗中静置 2h,分取氯仿层于波长

418nm 处测吸光度。以吸光度(A)为纵座标,浓度 C(单位 $\mu\text{g/ml}$)为横座标,绘制工作曲线。回归方程 $C=15.8845a-0.07578$ $r=0.9992$ $n=3$ 。

1.3 浸膏中氧化苦参碱的含量测定

1.3.1 样品的提取 精称适量苦参汤浸膏,滤纸包裹,置索氏提取器中,加入含 1%氨水的氯仿提取样品中的氧化苦参碱,浓缩提取液,氯仿定容 10ml。

1.3.2 样品的精制 精取上述提取液 2ml,上预滤柱,乙醚洗脱以除去干扰组分。无水甲醇洗脱氧化苦参碱至反应为阴性,合并甲醇洗脱液水浴至干,氯仿定容 1ml。

1.3.3 含量测定 取以上样品溶液 $100\mu\text{l}$ 点于薄板上,同时点氧化苦参碱对照品,以氯仿:甲醇:氨水(5:0.6:0.2)为展开剂,上行展开 7cm~10cm,挥干溶剂,碘显色。刮取氧化苦参碱斑点部位的硅胶于具塞三角瓶中,并刮取大小相同的空白硅胶做空白对照,分别精密加入 pH 7.6 的 0.0125% 溴麝香草酚兰缓冲溶液 6.00ml、氯仿 6.00ml 密塞,以下按标准曲线制备项下操作。扣除空白计算氧化苦参碱的含量。3 组浸膏结果见表 1。

表 1 苦参汤浸膏中氧化苦参碱的含量

组别	百分含量(%)				平均值	RSD(%)
I	0.968	0.921	0.921	0.953	0.941	2.51
II	0.875	0.847	0.888	0.888	0.874	2.21
III	0.917	0.934	0.921	0.969	0.935	2.53

1.4 精密度测定 取氧化苦参碱对照品溶液 $50\mu\text{l}$ 点于硅胶 G 薄板上,重复 6 次按前法测其吸光度,其 $\bar{x}\pm s$ 为 0.563 ± 0.008 ,RSD 为 1.39%。

1.5 回收率试验 精称氧化苦参碱对照品适量于苦参汤浸膏中,提取后上预滤柱,测定氧化苦参碱的总量(步骤同浸膏),计算回收率,结果见表 2。

2 讨论

2.1 在苦参汤诸药中,含有多种生物碱及油脂类物质,若提取后直接点样、展开,紫外灯

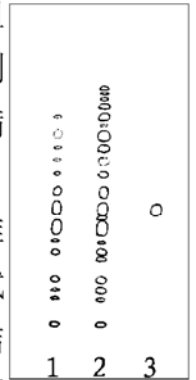
表 2 回收率试验结果

编号	对照品加入量 (mg)	检出量 (mg)	回收率 (%)	平均值	RSD (%)
1	1.18	1.13	95.8	95.9	2.32
2	1.18	1.16	98.3		
3	1.18	1.09	92.4		
4	1.18	1.16	98.3		
5	1.18	1.13	95.8		
6	1.18	1.12	94.9		

观察,在被测物附近有干扰组分,不易分离,采用预滤柱精制后,克服以上问题,测定结果满意(见图)。

2.2 为了保证含量测定的准确,本文作了被测液稳定性试验,结果证明放置 9h 后测定结果不变。由于放置过程中溶剂挥发,故在测定时必须将氯仿补足到原来的重量,然后再测定。

2.3 本文作者还进行了提取方法的选择研究,试验了酸碱提取法和索氏提取法,前者是生物碱的一般提取方法,提取的组分少,测定时干扰小,但由于提取方法繁琐,易发生乳化现象,所以提取不完全,用于定量测定误差大。索氏提取法虽提取后的组分多,但提取完全,特别是采用预滤柱后,进一步消除了其它组分的干扰,提高了结果的准确度。



TLC 图谱
1. 预滤后样品溶液
2. 预滤前样品溶液
3. 氧化苦参碱对照品(斑点无荧光,碘显色后出现)

参考文献

- 1 崔建芳,章观德. 苦参等四种槐属植物药中生物碱的分析. 中药通报,1986,11(2):38~39
- 2 王学武,张淑妍,赵淑华. 苦参碱栓剂的研制. 中草药,1983,14(3):10~12
- 3 杨树民,李淑玉. 薄层扫描-内标法测定苦豆子种仁中氧化苦参碱的含量. 中草药,1988,19(12):14~15
- 4 沙世炎,徐礼燊,严敏如,等. 中草药有效成分分析法. 上册. 北京:人民卫生出版社,1982. 137