

HPLC 测定制八角枫中八角枫碱的含量

胡玉霞, 和芳*, 余启荣, 高柏丽

(北京创立科创医药技术开发有限公司, 北京 100029)

[摘要] 目的: 建立制八角枫中八角枫碱的含量测定方法。方法: 色谱柱采用 Alltech Apollo C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以乙腈-缓冲液 (0.2 g 庚烷磺酸钠、3.5 g 磷酸二氢钾定容至 1 000 mL) (9:91) 为流动相, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 259 nm, 柱温 30 °C。结果: 八角枫碱在 0.024 95 ~ 0.499 g·L⁻¹ 线性关系良好 ($r = 0.999 9, n = 5$), 平均回收率 98.73% ($n = 6$), RSD 0.915%。结论: 方法简便、快速、准确, 重复性好, 专属性强, 可作为制八角枫中八角枫碱的含量测定方法, 以控制制八角枫的质量。

[关键词] 制八角枫; 八角枫碱; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903 (2011)12-0056-03

Determination of Anabasine in Radix Alangii Preparata by HPLC

HU Yu-xia, HE Fang*, YU Qi-rong, GAO Bai-li

(Beijing Supertrack Medical Technology Develop Co. Ltd., Beijing 100029, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determination of Anabasine in Radix Alangii Preparata by HPLC. **Method:** The chromatographic column was Alltech Apollo C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), acetonitrile-buffer (0.2 g heptane sulfonate, 3.5 g potassium dihydrogen phosphate volume to 1 000 mL) (9:91) as mobile phase, flow rate 1.0 mL·min⁻¹; detection wavelength was at 259 nm; column temperature was at 30 °C. **Result:** Maple octagonal base was linear in range of 0.024 95-0.499 g·L⁻¹ ($r = 0.999 9, n = 5$). The average recovery was 98.73% ($n = 6$), RSD 0.915%. **Conclusion:** The method is simple, rapid, accurate, reproducible, specific, and can be used as the system in the Radix Alangii Preparata method for the determination of Anabasine to control the quality of Radix Alangii Preparata.

[Key words] Radix Alangii Preparata; anabasine; HPLC

制八角枫为八角枫的炮制加工品, 八角枫为八角枫科植物八角枫 *Alangium chinense* (Lour.) Harms 的干燥细根及须根^[1]。分布于云南、贵州等地, 为少数民族用药。具有祛风通络、散淤镇痛、麻醉及松弛肌肉等作用^[2-4], 用于治疗风湿疼痛、麻木瘫痪、心力衰竭、劳损腰痛、跌打损伤等。其须根及支根含生物碱、酸类、氨基酸、有机酸、树脂等, 而其中的生物碱

为八角枫碱, 是松弛肌肉的主要活性成分, 也是其毒性的主要来源^[5]。本实验采用 HPLC 测定制八角枫中八角枫碱的含量, 旨在完善制八角枫质量标准, 为安全有效合理用药提供实验依据。

1 仪器与试药

LC-2010A 型岛津高效液相色谱仪, KQ-250DB 型数控超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司), Sartorius CP225D 型电子天平 (北京赛多利斯仪器系统有限公司), BL610 型电子天平 (北京赛多利斯仪器系统有限公司), 八角枫碱对照品 (购自 Toronto reseed chemicals Inc, 批号 A637175, 采用面积归一化测定, 其纯度达 98.5% 以上); 制八角枫 (自制, 批号 20090501, 20090601, 20090602, 20090603), 乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯, 水为超纯过滤水。

[收稿日期] 20110216(001)

[基金项目] 国家“十一五”科技支撑计划项目 (2007BA148B08-5)

[第一作者] 胡玉霞, 高级工程师, 从事新药研发, E-mail: hu_yuxia@sina.com

[通讯作者] * 和芳, 从事药学研究及管理, E-mail: fanghe@vip.sina.com

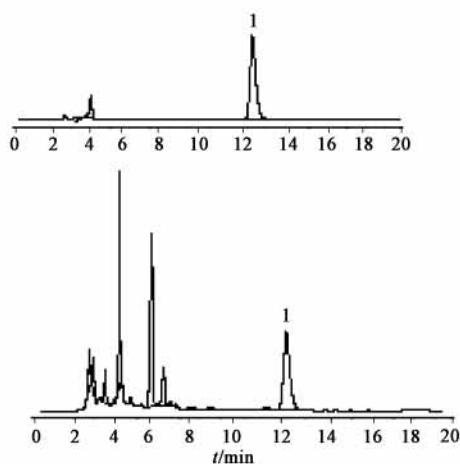
2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱采用 Alltech Apollo C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以乙腈-缓冲液 (0.2 g 庚烷磺酸钠、3.5 g 磷酸二氢钾定容至 1 000 mL) (9:91) 为流动相, 柱温 30 °C, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 259 nm。

2.2 对照品溶液的制备 取八角枫碱对照品适量, 精密称定, 加含 5% 醋酸的 30% 甲醇溶液制成 0.1 g·L⁻¹ 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取制八角枫于 60 °C 干燥 4 h, 粉碎, 取粉末 (过四号筛) 约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入含 5% 醋酸的 30% 甲醇溶液 25 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理 (功率 250 W, 频率 40 kHz) 50 min, 放冷, 再称定质量, 用含 5% 醋酸的 30% 甲醇溶液补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 即得。

2.4 系统适应性试验 在上述色谱条件下, 分别吸取对照品溶液、供试品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 得色谱图 1; 结果供试品中各峰与待测成分分离良好, 理论板数按八角枫碱峰计算不低于 5 000。



A. 对照品; B. 样品; 1. 八角枫碱
图 1 制八角枫中八角枫碱 HPLC

2.5 线性关系考察 精密量取八角枫碱 (浓度为 0.499 g·L⁻¹) 对照品溶液 0.05, 0.10, 0.25, 0.50, 1.00 mL, 置于 1 mL 量瓶中, 加含 5% 醋酸的 30% 甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 10 μL, 注入液相色谱仪, 进行测定, 以八角枫碱进样浓度对色谱峰面积值作标准曲线。计算得回归方程为 $Y = 8.55 \times 10^6 X - 7.31 \times 10^3$ ($r = 0.9999$), 表明八角枫碱在 0.024 95 ~ 0.499 g·L⁻¹ 呈良好线性关系。

2.6 精密度试验 取八角枫碱对照品溶液, 连续测定 6 次, 计算得八角枫碱峰面积 RSD 0.406%。

2.7 稳定性试验 取供试品溶液分别在 0, 1, 4, 8, 24 h 进样测定, 计算得八角枫碱峰面积 RSD 0.692%, 结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.8 重复性试验 取制八角枫 (批号 20090501) 于 60 °C 干燥 4 h, 粉碎, 取粉末 (过四号筛) 6 份, 每份约 0.5 g, 精密称定, 按供试品溶液制备方法制备后进行测定, 计算得八角枫碱平均含量 6.12 mg·g⁻¹, RSD 0.869%, 表明该方法重复性良好。

2.9 回收率试验 采用加样回收法, 取制八角枫 (批号 20090501) 于 60 °C 干燥 4 h, 粉碎, 取粉末 (过四号筛) 6 份, 每份约 0.25 g, 精密称定, 分别置具塞锥形瓶中, 加入八角枫碱对照品溶液 4 mL (0.428 g·L⁻¹), 再精密加入含 5% 醋酸的 30% 甲醇溶液 21 mL 后, 按供试品溶液制备方法制备后, 精密吸取 10 μL, 注入液相色谱仪。结果见表 1。

表 1 制八角枫中八角枫碱的加样回收率 ($n = 6$)

样品中含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1.566 6	3.267 9	99.375	98.73	0.915
1.526 2	3.208 9	98.289		
1.553 5	3.222 6	97.494		
1.538 5	3.235 3	99.112		
1.533 4	3.244 4	99.942		
1.529 9	3.210 3	98.154		

注: 八角枫碱加入量为 1.712 mg。

2.10 样品测定 取 4 批制八角枫样品, 按正文供试品溶液制备方法制备后进行测定, 经计算得 4 批制八角枫中八角枫碱质量分数 ($n = 2$) 分别为 6.07, 5.39, 5.47, 4.62 mg·g⁻¹。

3 讨论

3.1 流动相的选择 参考文献 [6-7] 方法, 比较了乙腈-水、乙腈-缓冲液 (0.2 g 庚烷磺酸钠、3.5 g 磷酸二氢钾定容至 1 000 mL)、甲醇-0.1% 三乙胺 (磷酸调节 pH 至 3.6) 等洗脱系统, 结果乙腈-缓冲液 (0.2 g 庚烷磺酸钠、3.5 g 磷酸二氢钾定容至 1 000 mL) 为流动相分离效果较好。在此基础上比较了不同比例乙腈-缓冲液 (0.2 g 庚烷磺酸钠、3.5 g 磷酸二氢钾定容至 1 000 mL) 对样品进行分离, 结果 (9:91) 时, 供试品中八角枫碱峰与其他峰完全分离, 分离效果最佳, 保留时间适中。

金礞石人工胃液和水溶性浸出物及其主要元素分析

王栋¹, 刘卉², 王伯涛^{1*}

(1. 南京工业大学药学院, 南京 211816;
2. 湖北省黄石市食品药品监督管理局, 湖北 黄石 435000)

[摘要] 目的: 分析金礞石人工胃液和水溶性浸出物及其主要元素, 为金礞石药用有效成分的研究提供参考资料。方法: 对金礞石药材进行人工胃液浸出和水煎煮浸出, 测定浸出率, 并采用 ICP-AES 测定浸出液中主要元素含量。结果: 样品的人工胃液浸出率在 5% 以上, 浸出液中主要元素为 Ca, Mg, 其次为 Fe, Al; 样品水煎煮的浸出率及各元素的浸出量均较低。结论: 金礞石在临床上多用于丸散少见于汤剂是有科学依据的, 其药用物质基础可能与 Ca, Mg 等人工胃液浸出元素有关。

[关键词] 金礞石; 浸出率; 浸出元素; 有效成分

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)12-0058-04

Analysis of Major Leaching Elements of Lapis Micae Aureum in Simulated Gastric Juice and Water Extract

WANG Dong¹, LIU Hui², WANG Bo-tao^{1*}

(1. School of Pharmaceutical Science, Nanjing University of Technology, Nanjing 211816, China;
2. Huangshi Institute for Food and Drug Control, Huangshi 435000, China)

[Abstract] **Objective:** To study the active component of Chinese traditional medicine Lapis Micae Aureum in simulated gastric juice and water extract. **Method:** Simulated gastric juice and boiled water were used for

[收稿日期] 20101116(002)

[基金项目] “十一五”国家科技支撑计划重点项目(2008BAI55B00)

[第一作者] 王栋, 硕士, 研究方向为药物分析, E-mail: dongwang86@163.com

[通讯作者] *王伯涛, 教授, 从事药物分析及质量评价研究, Tel: 025-58133721, E-mail: hywbt@sina.com

3.2 提取溶媒的选择 参考文献[6,8]方法, 选用含 5% 醋酸的 20% 甲醇溶液和三氯甲烷加氨水作为提取溶媒, 结果采用含 5% 醋酸的 20% 甲醇溶液为提取溶媒时, 制八角枫中八角枫碱的提取率高。

3.3 溶媒浓度及提取时间的选择 对溶媒中醋酸和甲醇的浓度、提取时间进行了考察, 结果采用含 5% 醋酸的 30% 甲醇溶液超声处理提取 50 min 制八角枫中八角枫碱可提取完全。

3.4 提取方法的考察 分别考察了超声处理、加热回流和索氏提取的方法对样品进行了, 结果八角枫碱的提取率无显著性差别, 但超声处理提取方法简便快速, 故选择超声处理作为本品的提取方法。

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 1977:6.

[2] 余启荣, 和芳, 高柏丽, 等. 制八角枫 HPLC 指纹图谱

研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(6):117.

[3] 贾敏如, 李星炜. 中国民族药志要[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2005:24.

[4] 杨仓良. 毒药本草[M]. 北京: 中国中医药出版社, 1993:172.

[5] 全国中草药汇编组. 全国中草药汇编(上册)[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982:14.

[6] 石钺, 杨帅, 李开通. 高效液相色谱法测定风湿定胶囊中毒藜碱的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2009, 29(1):87.

[7] 梁从庆, 李书渊, 房志坚. HPLC 法测定风湿定片中藜碱的含量[J]. 中药新药与临床研究药理, 2004, 15(4):268.

[8] 中国药典. 一部[S]. 2005:256.

[责任编辑 蔡仲德]