

• 药物分析 •

非水毛细管电泳法测定延胡索中延胡索乙素的含量

李 晓 纪松岗 梁东升 许自明 (海军 401 医院药剂科 青岛 266071)

摘要 目的: 建立非水毛细管电泳法, 分离测定延胡索中延胡索乙素的含量。方法: 以 50mmol/L 醋酸钠甲醇液含 2mol/L 醋酸为分离缓冲液。结果: 本法在延胡索乙素浓度为 5~ 40 μ g/ml 范围内具有良好的线性关系和重现性, 且无需预处理。回收率 97.42%, $RSD = 1.68\%$ 。结论: 本法准确、快速、简便。

关键词 非水毛细管电泳法; 延胡索乙素; 延胡索; 含量测定

Determination of tetrahydropalmatine in *Rhizoma Corydalis* by non-aqueous capillary electrophoresis

Li Xiao, Ji Songgang, Liang Dongsheng, Xu Ziming (Department of Pharmacy, No. 401 Hospital, Qingdao 266071)

ABSTRACT OBJECTIVE: Determination of tetrahydropalmatine in *Rhizoma Corydalis*. **METHODS:** A non-aqueous capillary electrophoresis method was set up. The effect of organic solvent and the concentration of acetic acid in buffer separation was studied. **RESULTS:** The method was linear in range of 5~ 40 μ g/ml of tetrahydropalmatine and good precision was also obtained. The content of tetrahydropalmatine in *Rhizoma Corydalis* was determined with no pre-treatment. **CONCLUSION:** The established method was accurate, rapid and simple.

KEY WORDS non-aqueous capillary electrophoresis, tetrahydropalmatine, *Rhizoma Corydalis*, determination

延胡索(又称元胡)是临床常用中药之一, 具有活血、利气、止痛之功效^[1]。延胡索乙素是其主要成分之一, 已报道紫外分光光度法^[2]、薄层层析法^[3]、高效液相法^[4]测定其含量, 作为延胡索及其制剂的质量控制指标之一。紫外分光光度法的选择性较差而显不足; 薄层层析法的分离效率低, 重现性较差, 难以令人满意; 高效液相法虽有较高的分离效率, 但有害溶剂消耗量大, 色谱柱易被污染且难以再生。非水毛细管电泳法是毛细管区带电泳法的一种特殊模式, 除具有毛细管区带电泳法的优点外, 在分离结构近似的碱性化合物中具有良好的选择性^[5]。为此, 本文建立非水毛细管电泳法分离

测定延胡索中延胡索乙素的含量, 方法准确, 简便, 选择性高, 结果令人满意。

1 实验部分

1.1 药品和试剂

延胡索乙素标准对照品由中国药品生物制品检定所提供, 利多卡因(内标)由第二军医大学朝晖药厂提供, 两者均用 70% 乙醇配制成溶液备用。延胡索药材为市售品, 所有其它试剂均为分析纯。

1.2 仪器和分离条件

Waters Capillary Ion Analyzer, 75 μ m \times 60cm 空心熔融石英毛细管, 柱上紫外检测(214nm), 恒压 25kV, 恒温 25 $^{\circ}$ C, 重力进样 10s,

分离用缓冲液为50mmol/L 醋酸钠甲醇液含2mol/L 醋酸。

1.3 样品测定

精密称定延胡索细粉适量,置于10ml试管中,加入70%乙醇约7.5ml,超声振荡提取30min,离心后取上清液置25ml容量瓶中,同法再重复提取两次,合并提取液,加入内标使其浓度为20 μ g/ml,加70%乙醇定容至刻度,按上述电泳条件进行分离测定。

1.4 加样回收率实验

精密称定延胡索细粉适量,置于10ml试管中,加入延胡索乙素对照品适量,按样品测定项下的步骤进行操作,计算回收率。

2 结果和讨论

2.1 分离条件的选择

本文以延胡索的提取液为对象,首先对有机溶剂进行了选择,结果:使用甲醇和乙腈为溶剂均无法消除其它组分的干扰,但在甲醇中分离相对较好,故选择甲醇为溶剂。通过改变醋酸钠的浓度仍然难以使延胡索乙素与其它组分完全分离,随后又考察了醋酸浓度对分离的影响,结果表明:醋酸浓度的变化对分离的影响较大,当增加醋酸浓度至2mol/L时,可使延胡索乙素与其它组分产生良好的分离(见图1)。

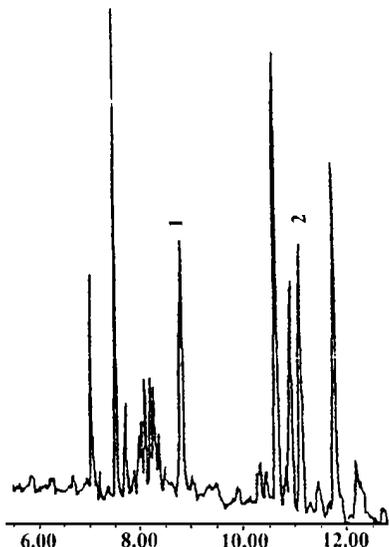


图1 延胡索提取液的电泳图

缓冲液:50mmol/L;醋酸钠甲醇溶液含2mol/L醋酸

1. 内标;2. 延胡索乙素

2.2 测定方法的评价

精取对照品溶液适量经稀释并加入内标

后,使其浓度分别为5,10,20,30,40 μ g/ml,内标浓度为20 μ g/ml。按上述电泳条件进行分离测定。延胡索乙素在此浓度范围内,其与内标峰面积之比Y和浓度X之间的回归方程为: $Y = 0.053X + 0.025$ ($r = 0.9982$),呈较好的线性关系。对浓度分别为5,20和40 μ g/ml的延胡索乙素对照品浓液进行日内和日间精密度实验,结果(见表1)表明该方法测定重现性良好。方法加样回收率实验结果见表2。

表1 日内和日间精密度

浓度(μ g/ml)	RSD%(n=3)	
	日内	日间
5	1.74	2.34
20	1.58	2.04
40	1.44	1.48

表2 加样回收率测定结果

样品	加入量(mg)	回收率(%)	RSD%(n=3)
延胡索	0.4	97.42	1.68

2.3 样品测定

利用所建立的分离测定方法,对生药延胡索进行提取后,不经预处理直接进样进行测定,结果见表3。

表3 样品中延胡索乙素的测定结果

样品	含量(mg/g)	RSD%(n=3)
延胡索-1	0.79	1.63
延胡索-2	1.06	1.42

3 结论

本文通过对缓冲液中有机溶剂和醋酸钠浓度的选择,建立非水毛细管电泳法分离测定延胡索中延胡索乙素的含量,方法准确,快速,样品经提取后无需预处理,即可直接进行测定,操作简便,取得令人满意的结果,为延胡索及其制剂的质量控制提供了新的方法学手段。

参考文献

- 中国药典(一部). 广东:广东科技出版社,1995:117
- 黄诺嘉,郑剑红,张幼扬. 治胃宝片中延胡索生物碱的含量测定. 中成药,1994,16(4):16
- 熊英,邬晓欧. 延胡索及其制剂复方镇痛丸中延胡索乙素的薄层扫描法测定. 药物分析杂志,1996,16:237
- 原永芳,李修祿,柳正良等. 超临界流体萃取法及高效液相色谱法分析延胡索中延胡索乙素的含量. 药理学报,1996,31:282
- Björnsdotir I, Hansen S. H. Comparison of separation selectivity in aqueous and non-aqueous capillary electrophoresis. J. Chromatogr., 1995, 711: 313 (收稿:1998-12-10)