

• 药物分析与检验 •

酸性染料比色法测定附子理中丸
中总乌头生物碱的含量乌兰娜¹ (内蒙古医院药局, 呼和浩特 010059)王玉华 王伟 赵银杰¹ 全书慧² (内蒙古医学院药学院, 呼和浩特市 010059)

张世琨 (内蒙古呼和浩特市回民区医院药房, 呼和浩特市 010030)

摘要 采用酸性染料比色法测定了附子理中丸中总乌头生物碱的含量。在浓度 $10\sim 30\mu\text{g/ml}$ 范围内线性关系良好, 加样回收率为99.5%, RSD为1.43%。

关键词 乌头碱 附子理中丸 酸性染料比色法

附子理中丸是由附子(制)、党参、白术、干姜、甘草五味中药制成的丸剂。附子(制)为其主药, 总乌头生物碱是其中有效成分之一。有关附子理中丸中总乌头生物碱的定量方法未见文献报道。本文用酸性染料比色法测定了附子理中丸中总乌头生物碱的含量, 在水相 $\text{pH } 6.1\pm 0.1$, 酸性染料为溴甲酚绿, 有机溶剂为氯仿的情况下, 能准确地测定总乌头生物碱的含量。加样回收率为99.5%, RSD为1.43%。

1 仪器、药品和试剂

UV-120、UV-250(日本岛津); Sartorius微量天平(西德); 容量仪器均经校正。乌头碱对照品购于中国药品生物制品检定所(HPLC^[1]测定含量为99.64%); 附子理中丸为市售品; 所用试剂均为分析纯。

$\text{pH } 6.1\pm 0.1$ 溴甲酚绿染料的配制: 取27.16 g 醋酸钠($\text{NaAc}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 加入900 ml 水使溶解, 用冰醋酸缓缓调节 pH 至 6.1 ± 0.1 , 加水至1000 ml, 备用。取溴甲酚绿约100 mg, 用0.05 mol/L 氢氧化钠3.5 ml 充分研磨溶解后, 再加入 $\text{pH } 6.1\pm 0.1$ 的醋酸-醋酸钠缓冲液至200 ml, 过滤, 取滤液备用。

2 测定条件的选择

2.1 对照品溶液的制备: 取 105°C 干燥至恒重的乌头碱对照品约10 mg, 精密称定, 置100 ml 量瓶中, 加入氯仿使其溶解并稀释至刻度, 作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备: 取本品9 g, 精密称定, 用30 ml 无水乙醇研磨成糊状, 移入具塞锥形瓶中, 以50 ml 无水乙醇分二次洗涤, 并入上述锥形瓶中, 振摇30 min, 放置24 h, 过滤。残渣以50 ml 无水乙醇分三次洗涤, 合并滤液, 回收乙醇至残留液为3~4 ml, 放冷, 用2%(V/V)盐酸液20 ml 分次转移置分液漏斗中, 用乙醚萃取三次(15, 10, 5 ml), 弃去乙醚提取液。酸液用氨水调节 pH 约为10, 用氯仿提取4次(20, 10, 10, 5 ml), 合并氯仿液, 用水洗氯仿层二次, 每次5 ml, 弃去水层。氯仿液置50 ml 量瓶中, 并用氯仿稀释至刻度, 作为供试品溶液。

2.3 最大吸收峰位的确定: 取溴甲酚绿与乌头碱形成离子对的氯仿溶液, 在紫外分光光度计上从340~520 nm 的范围内扫描, 其最大吸收峰位在414~416 nm, 与文献报道^{[2][3]}相同。

2.4 标准曲线的制备: 精密吸取对照品液2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 ml 分别置分液漏斗中, 各加氯仿到

1. 内蒙古医学院药学院90级实习生

2. 内蒙古乌兰浩特市医院

20 ml, 再取氯仿20 ml 置另一分液漏斗中作为空白对照。在以上 6 个分液漏斗中均加入10 ml pH 6.1 ± 0.1溴甲酚绿染料(0.05%), 充分振摇, 静置 1 h, 氯仿层过滤于25 ml 量瓶中, 并用氯仿稀释至刻度。在415 ± 1 nm 处测定吸收度, 用最小二乘法求得回归方程 $Y = 1.150x - 0.006$, $r = 0.9995$ (Y 为吸收度, x 为量mg)。

3 含量测定

取供试品溶液20 ml, 按标准曲线制备, 自“加入10 ml pH 6.1 ± 0.1 溴甲酚绿染料(0.05%)”起操作, 测得吸收度, 并从标准曲线上求得供试品中总乌头生物碱相当于乌头碱的量, 再计算含量。结果见表 1。

表 1 不同批号样品的测定结果(n = 5)

厂家与批号	测得量 (mg)	含量 (mg/g)	RSD(%)
呼市中药厂 940506	0.415	0.115	1.17
呼市中药厂 940311	0.392	0.109	1.29
河北中药厂 940425	0.387	0.105	1.07

表 2 回收试验结果

供试品量 (g)	供试品含有量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
9.0119	0.980	0.493	1.468	99.0	99.5	1.43
9.0247	0.982	0.490	1.470	99.6		
9.0035	0.980	0.502	1.485	100.6		
8.9090	0.970	0.500	1.475	101.0		
8.9425	0.975	0.480	1.442	97.4		

参 考 文 献

- 1 邹恩济. 高效液相色谱法测定蒙成药草乌制剂中乌头碱的含量. 中成药, 1992, 14 (2), 17~18
- 2 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制

4 回收试验

取附子理中丸约 9 克, 精密称定, 加入乌头碱对照品约0.5毫克, 精密称定, 以下操作同供试品溶液制备及含量测定。结果见表 2。

5 讨论

5.1 水相 pH 的选择: 酸性染料比色法成功与否的关键在于水相的 pH 值, pH 过高或过低均使测定结果偏低。实验结果表明, pH 值在6.0~6.2之间, 加样回收率为99.5%, 阴性对照用同法测定时, 在415 nm 处的吸收度仅有0.001, 不干扰测定。

5.2 酸性染料的处理: 为了防止 pH 6.1 ± 0.1 溴甲酚绿酸性染料中有色杂质混入有机相中而干扰测定, 在使用前日预先用氯仿提取, 弃去氯仿提取液, 从而避免干扰。

5.3 酸性染料的选择: 对酸性染料溴麝香草酚蓝和溴甲酚绿进行了筛选。实验结果表明, 采用溴甲酚绿时, 阴性对照提取液的吸收值很小, 不干扰测定。

5.4 本法操作简单, 方法准确, 不受其它中药成分的影响, 可以作为附子理中丸的生产和质量控制指标。

剂, 第一册, WS₃-B-0046-89, 46页

- 3 汪海孙. 风湿骨痛丸中乌头总生物碱的含量测定. 中成药, 1988, 10(4), 14

收稿日期, 1995-09-22

Determination of Total Aconite Alkaloids in Fuzi Lizhong Wan with
Acid-dye Colorimetry

Wang Yu-Hua, Wang wei

(Department of Pharmacy, Inner Mongolia Medical College, Huhehaoto 010056)

Abstract This paper reported the content determination of total aconite alkaloids in Fuzi Li Zhong Wan with acid-dye colorimetry. The linear relationship is good in the range 10—30ug/ml. Recovery is 99.78% (RSD = 1.07%).

Key words aconitine, Fuzi Li Zhong Wan, acid-dye colorimetry

(on page 30)