

苦豆籽胶囊的含量测定

吴桂荣 郭炬亮 木合布力(乌鲁木齐 830054 新疆医学院)

苦豆籽系槐科植物苦豆子(*Sophra alopecaroides* L.)的成熟种子。从苦豆籽中分离得到了 20 余种生物碱,具有广泛的生理活性,药用价值很高。苦豆子总生物碱的含量测定有重量法、酸碱滴定法等,因苦豆子中生物碱结构多属于喹啉联啶类衍生物,可在 pH 7.6 的缓冲液中与溴麝香草酚蓝形成离子对,经氯仿提取后于 420nm 进行比色测定。我们采用这种酸性染料分光光度法进行了苦豆籽胶囊中总生物碱的含量测定,为其质量标准的测定提供了依据。

1 仪器和药品

721 型分光光度计、pH-2S 型酸度计,槐果碱($C_{15}H_{22}ON_2 \cdot H_2O$, 中国药品生物制品检定所),试剂均为分析纯。

2 酸性染料分光光度法

2.1 pH 7.6 缓冲液的制备:取 0.1mol/L KH_2PO_4 液 500ml,加 0.1mol/L NaOH 422ml,蒸馏水 76ml,用酸度计校正 pH 为 7.6。

2.2 2×10^{-4} mol/L 溴麝香草酚蓝 pH7.6 缓冲液的制备:精密称取溴麝香草酚蓝 0.0625g,置 500ml 量瓶中,加 pH7.6 的上述缓冲液至刻度,摇匀即得。

2.3 槐果碱的线性试验:准确称取标准品槐果碱 10mg 置 10ml 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,取 10~100 μ l 分别置于 25ml 具塞锥形瓶中,挥尽乙醇,加溴麝香草酚蓝 pH7.6 缓冲液 6.00ml,氯仿 6.00ml,密塞、剧烈振摇 2min,静置 2h,分取氯仿层,以未加槐果碱管为空白,于 420nm 处测定氯仿液吸收度,做图可见线性范围为:0~20 μ g/ml,回归方程为: $c = 23.56A - 0.04793$, $r = 0.9988$ 。

2.5 精密度试验:取槐果碱标准液系列中 3 种浓度,测定日内、日间精密度,测定 6 次,实验结果表明:日内精密度 CV < 1%,日间精密度的变异系数 CV < 3%(见表 1)。

表 1 精密度试验结果($n = 6$)

浓度 (μ g/ml)	日 内		日 间	
	$\bar{x} \pm s$	CV (%)	$\bar{x} \pm s$	CV (%)
3.333	3.561 ± 0.023	0.65	3.482 ± 0.096	2.8
6.667	7.115 ± 0.026	0.36	7.287 ± 0.015	2.1
11.67	11.91 ± 0.110	0.92	12.16 ± 0.200	1.7

2.6 回收率试验:分别吸取槐果碱标准液(1μ g/ml)5,

中国现代应用药学杂志 1998 年 8 月第 15 卷增刊

20,50 μ l,分别加于已测含量的样品提取液中,按样品含量测定项下方法进行测定,计算回收率。计算结果表明,回收率范围:98.53%~102.4%,变异系数(CV<2%)(见表2)。

表2 加样回收率试验结果(n=6)

加样量(μ g)	回收量(μ g)	回收率(%)	CV(%)
5.00	5.013 $\pm$ 0.078	100.3 $\pm$ 1.6	1.6
20.00	20.49 $\pm$ 0.35	102.4 $\pm$ 1.8	1.8
50.00	49.27 $\pm$ 0.51	98.53 $\pm$ 1.0	1.0

3 样品分析

3.1 样品总生物碱的提取:取苦豆籽胶囊20粒,倒出

表3 苦豆籽胶囊中总生物碱含量

批 号	总生物碱含量(mg)							$\bar{x} \pm s$	CV(%)
961126	1.907	1.992	1.921	1.992	1.936	1.992		1.957 $\pm$ 0.039	2.0
961201	1.936	1.879	1.805	1.879	1.907	1.907		1.896 $\pm$ 0.026	1.4
961102	1.952	1.921	1.936	1.907	1.879	1.907		1.917 $\pm$ 0.025	1.3
961212	1.808	1.752	1.851	1.794	1.879	1.879		1.827 $\pm$ 0.051	2.7
970107	1.978	2.006	2.020	2.034	2.119	1.978		2.023 $\pm$ 0.052	2.6
970212	1.907	1.949	1.907	1.893	1.949	1.936		1.924 $\pm$ 0.024	1.2
970106	1.964	2.006	2.076	1.936	1.949	1.936		1.978 $\pm$ 0.044	2.2
970214	2.062	2.034	2.090	1.972	2.006	2.063		2.041 $\pm$ 0.037	1.8
970217	2.034	2.020	1.949	2.034	1.921	1.949		1.985 $\pm$ 0.050	2.5
970105	1.978	2.090	2.020	2.034	2.020	1.978		2.020 $\pm$ 0.041	2.0

3.1 样品粉末加氨水润湿,加氯仿定容后,放置时要不断振摇,以使氯仿与药材中总生物碱浓度达到动态平衡。

3.2 样品提取液加溴麝香草酚蓝 pH7.6 缓冲液及氯仿后,要充分振摇,以使生物碱与溴麝香草酚蓝形成的

内容物,称重6份(相当于平均每粒内容物重量),置于50ml具塞锥形瓶中,加约0.5ml氨水润湿,再加入氯仿10.00ml,密塞、振摇、放置过夜。收集续滤液作为提取液。

3.2 样品总生物碱的含量测定:取上述提取液100 μ l置25ml具塞锥形瓶中,挥干氯仿,按2.3项下方法,从“加溴麝香草酚蓝”起依法测定;同时取100 μ l提取液,挥干氯仿后,加不含溴麝香草酚蓝的pH7.6缓冲液6.00ml,氯仿6.00ml,如上操作,氯仿液为空白。根据测定的吸收度,由标准曲线计算含量,共测定了10批,结果见表3。

3 讨论

离子对充分转移到氯仿中。

3.3 根据样品测定的结果,10批苦豆籽胶囊中总生物碱含量的均值为1.957mg,我们建议苦豆籽胶囊中总生物碱含量为1.761~2.153mg,作为其标准。