

四川产十二批制川草乌质量考察

四川省药品检验所(成都610036) 尹靖先

摘要 对川产12批制川、草乌的性状、鉴别、酯型生物碱和总生物碱含量作了全面质量考察,结果表明,合格率为50%,制川、草乌麻舌感与其酯型生物碱和总生物碱含量不成平行关系。不合格项目中,紫外定性鉴别不合格占不合格率的83%。

关键词 制川乌 制草乌 酯型生物碱 总生物碱 紫外光谱鉴别

川乌(*Aconitum carmichaeli* Debx.)、草乌(*A. kusnezoffii* Reichb.)为常用中药,有剧毒,一般须经炮制后入药。但是,由于炮制上仅以经验鉴别,口尝微有麻舌感时为准,故各地制川、草乌质量差别较大,据文献报道[王琦,等·中药材,1990,13(12):27;李凤琴.中药材,1992,15(10):33],制草乌双酯型生物碱大多高出药典规定限量;总生物碱及酯型生物碱的含量,合格率仅为33.3%。四川是制川、草乌的主产区,为了考察其内在质量,我所对四川7地市12批制川、草乌进行了质量考察,现将结果报道如下。

1 仪器与样品

仪器:岛津UV-260,尺度20nm/cm,狭缝2nm,扫描速度快。

试药及对照品:氯仿、乙醚等试剂均为AR级。乌头碱对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号720-8501)。

样品来源及含量见表1。

2 方法与结果

2.1 供试品制备:分别取制川、草乌,在60℃以下烘2~3h,粉碎,过(药典)四号筛,置干燥器中保存、备用。

2.2 性状检查:制川、草乌外观形状同药典。麻舌感程度见表2。

2.3 紫外光谱鉴别:按中国药典(1990年版)规定方法操作,结果见表1。制川、草乌的正常和异常紫外光谱图见图1、2。

2.4 酯型生物碱的含量测定:①标准曲线的绘制:精密称取乌头碱对照品,按中国药典(1990年版)制川乌检查项下规定方法操作,在520nm的波长处测定吸收度,求得回归方程 $C = 10.658A + 0.0534$ (C为浓度:mg/ml), $r = 0.9918$ 。②样品的提取和含量测定:分别取样品粗粉约10g,精密称定,同上按检查项下规定的方法操作,求得浓度,根据公式 $\frac{C \times 10^{-3} \times 5}{2.5 \times W} \times 100\%$ (W为样品重,单位g)计算出酯型生物碱的百分含量,结果见表1。

2.5 总生物碱的含量测定:分别取样品中粉约10g,精密称定,同上按含量测定项下规定方法操作,根据下列公式计算。

$$\text{样品中生物碱含量}\% = \frac{0.0129 \times \frac{M_1 (V_{\text{空}} - V_{\text{样}}) \times \frac{1}{2}}{M_2}}{W}$$

*Address: Yi Jingxian, Sichuan Provincial Institute for Drug Control, Chengdu

表1 12批制川、草乌生物碱含量及紫外定性结果

品名	样品号	来源	酯型生物碱含量 (%)	平均含量 (%)	总生物碱含量 (%)	平均含量 (%)	$\lambda(\text{max})$	A
制川乌	1	泸州市	0.051 0.068	0.06	0.248 0.821	0.26	231.0 277.8	0.519 0.128
	2	宜宾地区	0.137 0.121	0.13	0.540 0.547	0.54	231.6 284.0	0.787 0.241
	3	遂宁市	0.182 0.190	0.19	0.482 0.463	0.47	224.2 283.0	0.517 0.520
	4	南充地区	0.093 0.078	0.09	0.404 0.400	0.40	230.8 283.4	0.667 0.218
	5	乐山市	0.110 0.122	0.12	0.184 0.070	0.13	230.8 283.6	0.434 0.152
	6	德阳市	0.084 0.066	0.08	0.102 0.100	0.10	226.8 281.0	0.201 0.088
制草乌	7	宜宾地区	0.142 0.126	0.13	0.660 0.639	0.65	279.6	1.551
	8	遂宁市	0.286 0.286	0.29	0.606 0.561	0.58	232.0 282.0	0.660 0.246
	9	南充地区	0.094 0.143	0.12	0.552 0.591	0.57	228.4 282.4	0.766 0.450
	10	攀枝花市	0.087 0.094	0.09	0.459 0.470	0.47	231.0 282.4	0.682 0.199
	11	乐山市	0.067 0.055	0.06	0.288 0.288	0.29	264.6	0.294
	12	德阳市	0.075 0.094	0.08	0.120 0.103	0.11	226.2 281.8	0.516 0.301

表2 12批制川、草乌麻舌感检查

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
制川乌	0	0	+	+	+	0						
制草乌							+	++	+	++	+	+

“0” 无麻舌感, “+” 微有麻舌感, “++” 麻舌感较强。

式中: M_1 -NaOH mol/L浓度 $V_{\text{空}}$ -空白消耗NaOH体积 $V_{\text{样}}$ -回滴消耗NaOH体积
 M_2 - H_2SO_4 mol/L体积 W -样品重。结果见表2。

3 小结与讨论

3.1 实验结果表明,酯型生物碱含量除3号、8号样品不合格外,其余均合格;总生物碱含量除12号样品不合格,5号样品稍偏低外,其余均合格;紫外定性鉴别除3、6、7、11、12号样品不合格外,其余均合格;其中9号样品虽然吸收波长稍偏移,但从整个峰型判断,仍属合格;合格率为50%。

3.2 6批不合格样品中紫外定性鉴别不合格率占不合格率总数的83.3%。其中7、11号样品在231nm处已无吸收峰,3、6、12号样品最大吸收波长已明显偏移,在231nm与275nm波长处已无最大吸收,231nm处的波长位移4.2~6.8nm。究其原因,可能是煮沸时间过长,乌头碱水解较彻底之故。因此,如何控制其浸泡、煎煮的时间,已是现阶段乌头炮制品质量优劣的关键环节。

3.3 麻舌感检查中,制川乌1、2、6号样品均无麻舌感,3、4、5号样品微有麻舌感。制草乌均微有麻舌感。麻舌感较强的8、10号样品中酯型生物碱含量,8号超过药典规定,10号符合药典规定。其余样品酯型生物碱含量,2号比10号高,但无麻舌感,3、4、5、7、9号均比10号高或相等,但仅微有麻舌感。总生物碱含量上,麻舌感较强的10号样品,尚不及无麻舌感的2号及微有麻舌感的7、9号样品高,2、3、4、7、8、9、10号样品,其总生物碱含量均在0.40~0.58之间。由此,更进一步证明了制川、草乌的麻舌感不与其双酯型生物碱和总生物碱含量成平行关系。

3.4 川、草乌的炮制,历来以口尝微有麻舌感时为度。此程度因人而异,较难掌握。实验

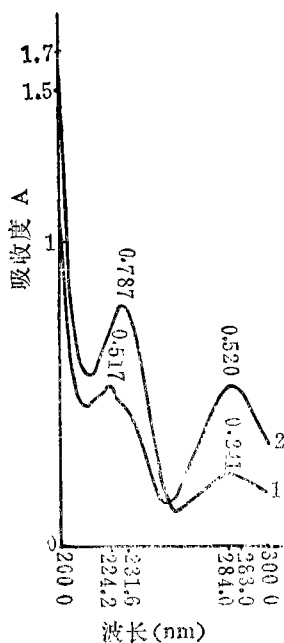


图1 制川乌紫外光谱图

1-正常

2-异常

(检品号921057)

(检品号921071)

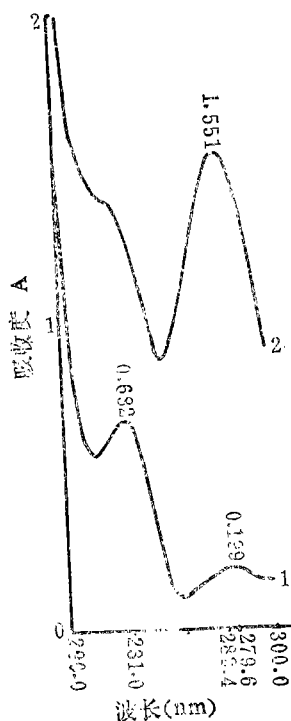


图2 制草乌紫外光谱图

1-正常

2-异常

(检品号921091)

(检品号921056)

证明,仅靠口尝要保证其酯型生物碱和总生物碱含量及紫外定性鉴别都符合药典规定是难的。基层单位往往从安全出发,延长煮沸时间或无限量地进行浸泡,这样,使川、草乌失去了不少应有的有效成分和降低生理活性。建议川、草乌应以省或地区级为单位,在测定以上3项指标均符合规定的炮制条件下集中炮制。

3.5 1985年版药典和1990年版药典均规定,制草乌应在231nm与275nm的波长处有最大吸收。实验结果表明,要达到275nm波长处的最大吸收是不容易的。文献[王琦,等.中药材,1990,13(12):27]中注明为制草乌的6号样品(224nm、279.6nm),也与我们所测结果近似。275nm波长处的最大吸收,是否需要再版药典时作适当的修正,应引起重视

(1993-03-24收稿)

欢迎订阅1994年《中医药时代》杂志

由刘祖貽主编、孙光荣常务副主编的《中医药时代》杂志(季刊)是由湖南省卫生厅、湖南省中医管理局主管、湖南省中医药学会、湖南省中医药研究院主办的以中医信息研究为主的大型学术刊物。开设栏目有:动态与决策,思路与方法,专病诊疗撷英,新学科·新学说·新理论,新诊法·新疗法·新方药,新成果·新技术·新产品,中药研究与开发,剂型改革,医海潮汐,广角镜,养生妙法,现代中医新方妙术选介等。每季末25日出版。每册1.80元,另加邮费0.30元,全年8.40元。本刊自办发行,可随时订阅。地址:湖南省长沙市麓山路167号《中医药时代》编辑部(邮编410006)。