

一阶导数紫外分光光度法测定 制川乌、制草乌、附子中生物碱含量

辽宁中医学院(沈阳 110032) 龙沛霞* 王玉珍

摘要 用一阶导数光谱法测定了制川乌、制草乌、附子中生物碱含量。测定结果与药典法比较,无显著差异。本法更简便、灵敏。

关键词 制川乌 制草乌 附子 一阶导数光谱法

据报道,乌头类生物碱的含量测定方法有酸碱滴定法^[1],比色法^[2,3],紫外分光光度法^[4]和高效液相色谱法^[5]。今用一阶导数紫外分光光度法测定了制川乌、制草乌、附子中总生物碱含量,样品经乙醇提取后,不经分离可直接测定,测定结果与药典法进行比较,无显著差别,但该法灵敏,准确,简便。

1 仪器与试剂

岛津 UV-265FW 型自动记录分光光度计。

乌头碱对照品由中国药品生物制品检定所提供。制川乌、制草乌、附子由辽宁中医学院中药鉴定教研室提供。其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取乌头碱对照品 10.0mg,用乙醇制成每 1ml 含 0.2mg 的对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备:分别取制川乌、制草乌、附子样品粗粉约 1g,精密称定,置 50ml 锥形瓶中,加 0.5ml 氨试液,使润湿。加 25ml 乙醇,超声提取 2 次,每次 0.5h,滤过,残渣用乙醇洗涤 3~4 次,每次 3~4ml,滤过,合并滤液,水浴挥发溶剂至无氨味。定量转移至 50ml 容量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀。精密吸取该溶液 5.0ml,置 10ml 容量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.3 阴性液的制备:取样品溶液,水浴挥发

溶剂,残渣用 0.1mol/L 盐酸提尽生物碱,余下残渣用乙醇溶解,作为阴性液。

2.4 光谱图绘制:取对照品溶液、供试品溶液、阴性液,以乙醇为空白,绘制紫外吸收光谱和一阶导数光谱($\Delta\lambda = 2\text{nm}$, 量程: $\pm 0.5\text{ABS}$)。

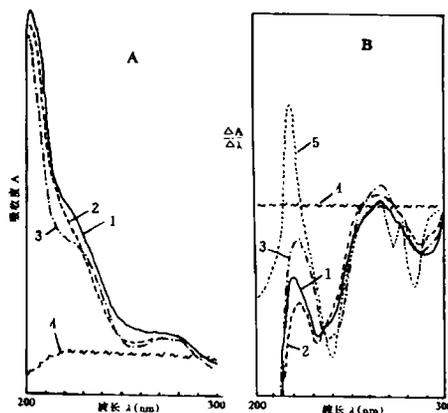


图 A-零阶光谱 B-一阶导数光谱

1-制川乌 2-附子 3-制草乌 4-阴性液 5-乌头碱

如图所示,阴性液的紫外光谱有较强的背景吸收。故样品提取液不经分离不能直接用分光光度法测定含量。但在测定波长内阴性液的一阶导数值近于零。因此,用一阶导数光谱法可消除共存组分干扰,样品溶液不经分离可直接进行含量测定。

2.5 线性关系试验:精密吸取对照品溶液 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5ml,分别置 10ml 容量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。在上述条件下绘制一阶导数光谱,在波长 241nm 吸收谷

* Address: Long Peixia, Liaoning College of Traditional Chinese Medicine, Shenyang

处测定一阶导数光谱值($\frac{\Delta A}{\Delta \lambda}$)为纵坐标,浓度为横坐标作图,二者呈良好的线性关系。回归方程为:Y=0.373X+0.0069,r=0.9996。

2.6 样品测定:取供试品溶液,在上述条件下测定波长 234~240nm 吸收谷处 $\frac{\Delta A}{\Delta \lambda}$ 值,以乌头碱为标准,用标准曲线法计算样品中生物碱含量,结果见表 1。

表 1 样品中生物碱含量测定结果(n=6)

样品	含量(%)	RSD(%)
制川乌	0.372	3.7
制草乌	0.648	3.6
附子	0.288	3.9

2.7 回收率试验:精密吸取供试品溶液 5.0ml 置 10ml 容量瓶中,再准确加入乌头碱对照品 0.2mg,溶解,加乙醇至刻度,摇匀,按样品测定方法进行测定。制川乌、制草乌、附子的回收率分别为 99.1%,97.8%,98.3%,RSD(%)分别为 2.1,2.4,3.0。

2.8 一阶导数光谱法与药典法比较:取制川乌样品粗粉 60g,精密称量,置具塞瓶中,按药典法提取,制成 25.00ml 乙醇溶液。精密吸取上述溶液 5.0ml,按药典法进行含量测定。再精密吸取上述溶液 0.5ml,置容量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,按一阶导数光谱法测定。结果见表 2。

表 2 药典法和一阶导数光谱法测定结果(n=4)

方法	含量(%)	S(%)	RSD(%)
药典法	0.375	0.013	3.5
一阶导数光谱法	0.378	0.011	2.9

将两种方法的测定结果进行统计处理(t 检验),计算 t=0.35,小于 $t_{0.05,6}=2.45$,表明两种方法测定结果的平均值无显著性差别。

3 讨论

3.1 用一阶导数光谱法测定乌头类中药中生物碱含量,经回收率测定和与药典法比较,表明该法准确,取样量少,简单。可以考虑用该法代替酸碱滴定法测定乌头类中药中生物碱含量,以控制其质量。

3.2 样品的提取,药典用乙醚-氯仿(3:1)混合液提取,本法用乙醇提取,将两种溶媒提取结果进行比较,无显著差别,使用乙醇更为安全,无毒。

参考文献

- 1 中国药典.一部.1990.27
- 2 钱中直.中草药,1982,13(11):495
- 3 金虹,等.中国中药杂志,1990,15(12):32
- 4 Fishon,R et al. Pharm Zentral,1965,104:298
- 5 Ikino H,et al. J chromatogr,1981,211:123

(1996-01-31 收稿)

Determination of Alkaloids in Preparations of Common Monkshood

(*Aconitum carmichaeli*), Kusnezoff Monkshood (*A. kusnezoffii*) and Fuzi (*A. carmichaeli*)

by Its Derivative Spectral Method

Long Peixia, Wang Yuzhen

A first derivative spectral method was established for the determination of alkaloids in preparations of *A. carmichaeli*, *A. kusnezoffii*, and Fuzi (*A. carmichaeli*). This method showed no significant difference as compared with the method used in Chinese Pharmacopoeia at 95% confidence level. The method is simple and sensitive.

安徽省高校科技函授部 中医大专班招生

经省教委批准继续面向全国招生。本着继承和发展祖国医学,培养具有专业技能的中医人才,选用 12 门全国统编中西医结合函授教材,与当前全国高等教育自考相配合,聘有专家教授进行教学,全面辅导和答疑。愿本部能成为你医学道路上的良师益友。凡具有中学程度者均可报名。详情见简章。附邮 5 元至合肥市望江西路 6-008 信箱中函处,简章备索。邮编 230022 电话 0551-5569396