

3.14%。在同一块薄层板上,对同一个对照品溶液相同点样量的6只斑点进行扫描测定,RSD为2.60%。

4.5 回收率试验:精密称取已知含量的本品内容物0.5g,准确加入齐墩果酸对照品适量,按供试品溶液的制备方法操作,依法测定,计算回收率。经计算,平均回收率为99.22%,RSD为3.45%。

5 样品测定

精密吸取供试品溶液3μL,对照品溶液1μL和3μL,分别交叉点于同一薄层板上,依法测定,结果见表1。

表1 3批样品含量测定结果

批号	含量(%)	RSD(%)	n
I	3.02	3.14	6
II	2.92	1.77	3
III	3.14	3.69	3

6 讨论与小结

6.1 近几年来研究认为,齐墩果酸是本方主药女贞子的有效成分之一,并证明它可治疗肝炎,有抗癌活性,升白细胞,促免疫作用^[1]。有文献报道,齐墩果酸能减少糖尿病大鼠的尿量及饮水量,有明显的降血糖作用^[2]。我们的药理实验也证明了本品对大鼠和小鼠实验性高血糖模型有明显的降血糖作用。

6.2 采用10%硫酸乙醇为显色剂,喷雾显色剂时必须均匀,否则对结果影响较大。

6.3 只要严格按拟订方法操作,就能得到满意结果。实验表明,本法的回收率高,重现性好,方法稳定,对产品的质量控制是可行的。

参 考 文 献

1 钟静芬,等.中草药,1991,22(9):398
2 郝志奇,等.中国中药杂志,1992,17(7):429
(1996-10-04 收稿)

Determination of Oleanolic Acid Content of Compound Nüzhenzi Capsule

Mao Lizhen,Xu Shifang,et al

Content of oleanolic acid in compound Nüzhenzi capsule was determined by TLCS on plates of silica gel G and 0.5% CMC-Na solution. The plates were developed in a solvent system of cyclohexane-acetone-ethyl acetate(4:2:1)and colored with 10% sulfuric acid-ethanol solution. Oleanolic acid was detected in the double wavelength absorbance-reflectance mode at λ_s(530nm)and referred at λ_R(680 nm). The assay is linear in the range of 1.13~9.04 μg for oleanolic acid. Mean recovery of the assay is 99.22%.

苦豆子中生物碱含量测定方法新探

内蒙古农牧学院生物工程系(呼和浩特 010018) 张建华* 乌云

摘 要 苦豆子中生物碱具有一定水溶性,用氯仿难以提取完全。笔者采用水或pH=5.6的醋酸缓冲液作提取液,即将其中的生物碱转化成生物碱盐的方法,提取苦豆子中的生物碱。经DU-7紫外分光光度计测试,最大吸收波长为417nm,线性范围0~13μg/mL,变异系数0.65%,回收率:水提取为98.23%;醋酸缓冲液提取为98.72%,结果表明:测试数据准确,方法可行
关键词 苦豆子 总生物碱 提取法

苦豆草主要产于西北各省区及内蒙古。据文献^[1]报道,它的药用部分为根或全草。其

* Address: Zhang Jianhua, Dept. of Biology Engineering, Inner Mongolia College of Farming and Animal Husbandry, Huhehaote
张建华 女,1983年毕业于内蒙古广播电视大学机械专业,同年任职于内蒙古农牧学院,从事仪器分析工作。1994年晋升为实验师,1995年合作完成的内蒙古自治区自然科学基金项目“饲用玉米抗旱鉴定方法和指标的研究”已通过鉴定。1996年合作完成了“倍硫磷在牛体内的药代动力学”。现正在进行的有“果树内源激素与花芽分化关系”等科研课题。先后在全国各类刊物上发表学术论文12篇。

主要的药用成分为苦参碱类。苦豆子 *Sophora alopecuroides* Linn 是苦豆草的果实。其中也含有一定量的生物碱(主要为苦参碱类),提取其制成制剂有很大的药用价值。

总生物碱含量的测定方法主要有重量法^[2]、酸碱滴定法^[2]及酸性染料分光光度法^[3]。上述方法的提取过程,先将生药中加碱水湿润,使其中含有的生物碱转化成游离生物碱,然后用氯仿提取。由于苦豆子中生物碱属奎诺里西啶类,碱性比较强,极性较大,具有一定水溶性,用氯仿难以提取完全,使测定数据低于实际含量。为了准确测定苦豆子以及具有相似生物碱组成物中总生物碱含量。根据生物碱盐易溶于水的性质和苦参碱类与溴麝香草酚蓝形成离子对后,空白值与净吸收度值随 pH 值不同而变,笔者经过多次试验,建立了两种提取法:醋酸缓冲液法和水提取法。提取后再用酸性染料光度法测定其总生物碱含量,其结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器、药品:Beckman DU-7 紫外分光光度计,EA940 型离子酸度计,78HW-1 型恒温磁力搅拌器。供试样品:内蒙古西部地区生产的苦豆子。对照品:苦参总碱(宁夏盐池制药厂)。试剂均为分析纯。

1.2 试剂的配制

- 1.2.1 pH=5.6 醋酸缓冲液^[4]。
- 1.2.2 pH=7.6 缓冲液:取 0.1 mol/L 磷酸二氢钾溶液 100 mL,加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 84.4 mL,蒸馏水 15.2 mL,混匀用离子酸度计校正 pH 为 7.6。
- 1.2.3 2×10^{-4} mol/L 溴麝香草酚蓝 pH7.6 缓冲液:称取溴麝香草酚蓝 0.025 g 溶于上

述 200 mL pH7.6 缓冲液中。

1.3 生药样品提取

1.3.1 醋酸缓冲液法:称取苦豆子粉末 0.10 g 左右,置 25 mL 容量瓶中,加 pH=5.6 醋酸缓冲液适量,充分振摇后定容。放置过夜(16 h 以上),过滤,滤液作提取液。

1.3.2 水提取法:称取苦豆子的粉末 0.10 g 左右,放入 25 mL 容量瓶中,加 pH=5.6 的醋酸缓冲液湿润样末,充分振摇,放置 2 h,用蒸馏水定容,放置过夜(16 h 以上),过滤,滤液作提取液。

1.4 测定方法:用移液管吸取一定量提取液(相当总生物碱 48 μ g),采用酸性染料分光光度法测定其总生物碱含量。

2 结果

2.1 苦参总碱标准曲线绘制:用微量天平称取苦参总碱 10.00 mg,用乙醇定容在 10 mL 容量瓶中,即配成 1 mg/mL 的溶液。用微量进样器取 5、10、20、30、40、50、60、80、100 μ L 溶液,分别置 20 mL 具塞试管中,加溴麝香草酚蓝 pH=7.6 的缓冲液 6.00 mL,氯仿 6.00 mL,密塞剧烈振动 2 min,静止 2 h,用吸管吸取氯仿层(黄色),以未加苦参总碱试管为空白,进行扫描,在 417 nm 处有最大吸收,于 417 nm 处,测吸收度值得标准曲线,可得苦参总碱线性范围为 0~13 μ g/mL,回归方程 $Y=0.0097X+0.00334$, $r=0.9978$ ($n=8$)。

2.2 稳定性试验:分别取水和 pH=5.6 醋酸缓冲液提取的样品各一份,按生药生物碱含量测定每隔 1 h 测其吸收度值,见表 1。8 h 内吸收度值稳定。

表 1 稳定性试验

提取法	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h	7 h	8 h
水提取法	0.2469	0.2472	0.2474	0.2475	0.2478	0.2481	0.2482	0.2485
缓冲液体提取法	0.4399	0.4402	0.4405	0.4408	0.4409	0.4513	0.4518	0.4520

2.3 准确度试验:水提取测定总生物碱平均含量为 5.918%,RSD%=0.116($n=6$)。醋酸缓冲液提取测定总生物碱平均含量为

6.102%,RSD%=0.056($n=6$)。

2.4 回收率试验:称取 4 份苦豆子粉末 0.10 g 左右,分别放入 25 mL 容量瓶中,其

中两份各加适量的苦参总碱(1~1.5 mg)摇匀,分成两组,一组用水提取,另一组用醋酸缓冲液提取,提取后按酸性染料光度法测生物碱含量。水提取法回收率为 98.23%,醋酸

缓冲液提取法回收率为 98.72%。结果令人满意。

2.5 水、醋酸缓冲液、氯仿 3 种提取法,测定苦豆子中总生物碱数据见表 2。

表 2 3 种提取方法的数据比较

提取法	苦豆子总生物碱含量(%)						平均值(%)		回归方程	r	n
水	5.227	6.780	5.420	6.636	5.326	6.116	6.918		Y=0.00312+0.0413X	0.9885	6
醋酸缓冲液	5.6778	6.001	6.552	6.280	6.823	6.677	6.102		Y=0.0355+0.0356X	0.9768	6
氯仿	4.077	4.502	3.885	3.705	4.246	4.447	4.144				

3 小结

3.1 由表 2 结果看出,用水和醋酸缓冲液提取苦豆子中总生物碱含量比用氯仿提取的值高。对这 3 组数据进行显著性检验,水提法与氯仿提取法所测总生物碱含量数据之间进行分析 $P<0.005$,有显著性差异;醋酸缓冲液提取法同氯仿提取法所测数据进行分析 $P<0.005$,有显著性差异;而水提取法和醋酸缓冲液提取法所测数据之间进行分析 $P>0.01$,无显著性差异。说明氯仿作奎诺里西啶类生物碱提取液难以提取完全。水和醋酸缓冲液两者都可作提取液,所测结果准确,可靠。

3.2 水和醋酸缓冲液的 pH 值对溴麝香草酚蓝缓冲液的 pH 值影响不大。pH 值在 6.0~6.5 之间,空白吸收值为 0.0572。

3.3 经扫描测定苦参总碱最大吸收波长为 417 nm,两种不同提取方式所测总生物碱最大吸收波长也为 417 nm。

3.4 在线性范围内,用酸性染料光度单点法测苦豆子中总生物碱含量,简便,数据准确。

3.5 本法采用水或醋酸缓冲液作提取液比用氯仿要经济、实用,且可减轻对人体的伤害。

参 考 文 献

- 1 胡正海,等.中国药用植物种子的形态鉴别.上册.西安:西北大学出版社,1988.142
- 2 青海省生物研究所.1977 年版中国药典“苦豆子质量标准及起草说明书”.1975.11
- 3 宋学华,等.中草药,1991,22(10):444
- 4 上海植物生理学会.植物生理学实验手册.上海:上海科学技术出版社,1985.602

(1996-11-14 收稿)

A New Method for the Determination of Total Alkaloid in Foxtail-like Sophora(*Sophora alopecuroides*)

Zhang Jianhua and Wu Yun

Alkaloids in *Sophora alopecuroides* L. were water soluble to a certain extent, but can not be completely extracted by chloroform. A method using water or acetic acid buffered water (pH=5.6) as extractant, after converting the alkaloids into their salts was studied. With the aid of a Du-7 UV-spectrophotometer, the maximum absorption wave length was found at 417 nm; linear range within 0~13 $\mu\text{g/mL}$ and variation coefficient 0.65%. Recovery by water extraction was 98.23% and by acetic acid extraction was 98.72%.

安徽省高校科技函授部总部中医函授面向全国招生

省教委办学许可证 0192005 号

为给广大中医爱好者开辟自学成才、自谋职业之路,以解决晋升、开业和应聘的需要,本专业继续面向全国常年招生。本部建校十年,已有丰富的教学经验和完善的师资队伍。开设十二门中西医结合课程。各科均由专家教授全面辅导教学。选用《全国高等中医院校函授教材》,与高等教育中医自学考试紧密配合,确保大专水平。凡初中以上文化程度者均可报名,汇款 5 元至“236000 安徽阜阳高函办公室”即寄简章。电话:0558-2318260。