

表1 东北不同产地满山红中齐墩果酸与熊果酸的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of ursolic acid and oleanolic acid in leaves of *R. dauricum* from different habitats in northeast China ($n=3$)

产地	齐墩果酸/%	熊果酸/%
辽宁沈阳	0.034	0.292
辽宁抚顺	0.029	0.358
吉林长春	0.039	0.210
吉林松原	0.014	0.172
吉林四平	0.052	0.364
黑龙江佳木斯	0.090	0.404
黑龙江哈尔滨	0.073	0.487
黑龙江齐齐哈尔	0.047	0.538

入手性添加剂 β -环糊精能够有效提高分离度,经试验,当流动相为0.03 mol/L 磷酸盐缓冲液(含6 mmol/L 的 β -环糊精,pH=3.0)-甲醇(13:87)时二者分离完全,可以满足测定要求。

3.2 供试品溶液的制备:本实验曾比较采用甲醇、氯仿为溶剂进行超声提取、回流提取和索氏提取等不同方法,结果发现采用石油醚脱脂后氯仿索氏提

取,具有提取率高,干扰小等特点,便于分析测定。

3.3 东北作为满山红药材主产区,不同地域齐墩果酸与熊果酸量差异较大,以黑龙江质量分数最高,测定结果表明,熊果酸量均高于齐墩果酸。

参考文献:

- [1] 付晓丽. 满山红叶中化学成分的研究 [A]. 山西医科大学药学院硕士学位论文 [D]. 山西:山西医科大学, 2006.
- [2] 田丽婷, 马 龙, 堵年生. 齐墩果酸的药理作用研究概况 [J]. 中国中药杂志, 2002, 27(12): 884-888.
- [3] Claude B, Morin P, Lafosse M, et al. Evaluation of apparent formation constants of pentacyclic triterpene acids complexes with derivatized β - and γ -cyclodextrins by reversed phase liquid chromatography [J]. *J Chromatogr A*, 2004, 1049: 37-42.
- [4] 徐 珊, 邓旭坤, 陈 斌. 马鞭草药材中齐墩果酸、熊果酸的 RP-HPLC 测定 [J]. 南京医科大学学报:自然科学版, 2006, 26(3): 165-169.
- [5] 张前军, 赵 超, 杨小生. 高效液相色谱法测定连钱草中熊果酸的含量 [J]. 中国中药杂志, 2006, 31(18): 1522-1534.
- [6] 张才华, 郭兴杰, 李 芳. HPLC 法同时测定白花蛇舌草中齐墩果酸和熊果酸的含量 [J]. 沈阳药科大学学报, 2004, 21(5): 358-362.

酸性染料比色法测定延胡索总生物碱的量

周毅玲

(杭州市第三人民医院, 杭州 浙江 310009)

延胡索为罂粟科植物延胡索 *Corydalis yanhusuo* W. Twang 的干燥块茎, 亦名元胡, 其味辛、苦, 性温, 归肝、脾经。具有活血、利气、止痛之功效, 临床上主要用于各种疼痛、心血管及痛经等。产于浙江省东阳、磐安、缙云等地, 为道地药材“浙八味”之一, 其主要药效物质是延胡索总生物碱^[1,2]。本实验采用紫外分光光度法对延胡索中总生物碱的量进行测定。

1 仪器、试剂与材料

TU—1800 型紫外可见分光光度仪 (北京普析通用仪器公司), Sartorius BP211D 电子天平 (德国), CQ—250 型超声波清洗器 (中船总公司 726 研究所)。

醋酸-醋酸钠缓冲液 (pH 4.5)。酸性染料溴甲酚绿溶液的配制: 取溴甲酚绿 50 mg 与邻苯二甲酸氢钾 1.201 g, 加 0.2 mol/L 盐酸溶液 1.6 mL 使溶

解后, 加水稀释成 100 mL, 摇匀, 用 0.2 mol/L 盐酸溶液或氢氧化钾试液调 pH 值至 4.5^[3]。盐酸脱氢延胡索碱对照品 (纯度 99.5%, 浙江省药品检验所惠赠)。延胡索药材 (批号 20051204、200607006、20061207) 购自杭州中药饮片厂。其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 精密称取干燥至恒重的盐酸脱氢延胡索碱 2.56 mg, 置于 10 mL 量瓶中, 加醋酸-醋酸钠缓冲液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品溶液 (每毫升含脱氢延胡索碱 0.256 mg)^[3]。

2.2 供试品溶液的制备: 精密称取药材约 1.0 g 置于 50 mL 量瓶中, 加 0.1 mol/L 盐酸 80% 甲醇溶解适量超声 30 min, 冷却至室温, 定容至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液 10 mL 置圆底烧瓶中, 抽干, 残渣用醋酸-醋酸钠缓冲液溶解转移并定容至 25 mL

量瓶中,摇匀,即得。

2.3 线性关系考察:分别精密吸取对照品溶液 0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8 mL,置预先精密加入氯仿 10 mL 的分液漏斗中,再分别补加 1.0、0.9、0.8、0.7、0.6、0.5、0.4、0.3、0.2 mL 醋酸、0. 醋酸钠缓冲液 (pH 4.5),精密加入 4 mL 溴甲酚绿溶液,振摇 3 min,静置 40 min,分取氯仿层,照《中国药典》2005 年版一部附录 VA 紫外-可见分光光度法在 415 nm 波长处测定,标准曲线为 $Y = 0.0432 X + 0.0131$, $r = 0.9994$,表明质量浓度在 2.56~17.92 $\mu\text{g/mL}$ 与吸光度之间呈良好的线性关系。

2.4 稳定性试验:精密移取供试品溶液 1.0 mL,置预先精密加入氯仿 10 mL 的分液漏斗中,按照“2.3”项下方法在 415 nm 波长处测定,分别于 0、10、22、33、43、55、66、78 min 在紫外分光光度计上 415 nm 波长处测定吸光度。结果 RSD 为 0.8723%,说明样品溶液在 78 min 内稳定。

2.5 精密度试验:精密量取对照品溶液 0.4 mL,加 0.6 mL 醋酸-醋酸钠缓冲液,置预先精密加入氯仿 10 mL 的分液漏斗中,按“2.3”项下方法制备在 415 nm 波长处测定”415 nm 下连续测定 6 次,结果 RSD 为 0.018%。说明仪器所测数据准确可靠。

2.6 重现性试验:精密称取药材细粉 6 份各 1.0 g,按供试品制备项下方法制备,取供试品溶液 1 mL,置预先精密加入氯仿 10 mL 的分液漏斗中,按 2.3 项下方法制备在 415 nm 波长处测定,其质量分数 RSD 为 1.20%。

2.7 加样回收率试验:精密称取药材 0.5 g 置于 50 mL 量瓶,加入对照品适量,按照 2.2 项下方法操

作制备供试品溶液,精密移取供试品溶液 1.0 mL 置预先精密加入氯仿 10 mL 的分液漏斗中,按照 2.2 项方法操作,测定,结果平均回收率为 100.5%,RSD 为 1.49%。

2.8 样品量的测定:精密称取药材细粉 1.0 g,按 2.2 项下制备供试品溶液,在 415 nm 下测定延胡索总生物碱质量分数,结果见表 1。

表 1 延胡索总生物碱测定结果 ($n=6$)

Table 1 Determination of total alkaloid of *C. yanhusuo* ($n=6$)

药材批号	总生物碱质量分数/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%
20051204	11.99	1620
20060706	12.08	0.44
20061207	12.13	1.28

3 讨论

现代研究发现延胡索的主要成分为生物碱,其中脱氢延胡索碱是其治疗心血管疾病的主要有效成分之一。笔者采用酸性染料比色法测定总生物碱的量,其原理是,根据有机生物碱类在一定 pH 介质中,可与某些酸性染料定量结合成有色络合物,该有色络合物可定量被提取到有机溶剂中,因此可用比色法测定有机碱的量。确定溴甲酚绿和生物碱形成有色络合物最适的 pH 十分重要。该实验中,溴甲酚绿溶液的 pH 值应调节至 4.5,因为在该 pH 值时,溴甲酚绿和延胡索生物碱的显色明显而稳定,所测的吸光度值稳定。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海:上海人民出版社, 1977.
- [3] 徐 坚, 沈 鸿. 酸性染料比色法测定复方维生素 E 乳膏中山茛菪碱的含量[J]. 安徽医药, 2005, 12(9): 12.

《中国医院药学杂志》2009 年征订启事

《中国医院药学杂志》系中国科协主管、中国药学会主办的综合性医院药学专业性学术核心期刊。本刊为湖北省优秀期刊,2006 年中国科协精品科技期刊工程资助期刊,主要面向全国医院药学工作者、医务人员和广大药学工作者,主要介绍国内外医院药学创新性成果、药学先进技术、临床合理用药、中西药制剂、药剂科的科学管理与改革、药学基础知识及理论等。

本刊为半月刊,大 16 开,每期为 80 页,定价 10.50 元,全年 252 元。每月 15 日、30 日出版,国内邮发代号 38-50,国外代号 SM 65-38。欢迎广大读者订阅。

本刊现已开通网上在线投稿,欢迎广大作者踊跃投稿。

网址: <http://www.zgyyyx.com> 编辑部地址:武汉市胜利街 155 号 邮编:430014
电话/传真:027-82836596 E-mail: pharmacy@vip.163.com

酸性染料比色法测定延胡索总生物碱的量

作者：[周毅玲](#)
作者单位：[杭州市第三人民医院, 杭州, 浙江, 310009](#)
刊名：[中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期)：2008, 39 (8)
被引用次数：3次

参考文献(3条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [江苏新医学院 中药大辞典](#) 1977
3. [徐坚;沈鸿](#) [酸性染料比色法测定复方维生素E乳膏中山茛菪碱的含量](#)[期刊论文]-[安徽医药](#) 2005 (09)

本文读者也读过(10条)

1. [马梅芳. 张岱州. 李洁. 方君卉. Ma Meifang. Zhang Daizhou. Li Jie. Fang Junhui](#) [酸性染料比色法测定南葶苈子中总生物碱的含量](#)[期刊论文]-[中医药导报](#)2010, 16 (8)
2. [刘喜纲. 刘翠哲. 常金花](#) [应用酸性染料比色法测定总生物碱的含量](#)[期刊论文]-[中国药房](#)2007, 18 (11)
3. [蔡大可. 李耿. 彭绍忠. 何耀慧. 林忠泽. 古挺威. 苏子仁. CAI Dake. LI Geng. PENG Shaozhong. HE Yaohui. LIN Zhongze. GU Tingwei. SU Ziren](#) [酸性染料比色法测定痹痛消膏中乌头生物碱的含量](#)[期刊论文]-[中药新药与临床药理](#)2007, 18 (1)
4. [曾常青. 罗北亮. ZENG Chang-qing. LUO Bei-liang](#) [酸性染料比色法测定钩藤的总生物碱含量](#)[期刊论文]-[中药材](#) 2007, 30 (8)
5. [凌育赵. 杨妙贤. LING Yu-zhao. YANG Miao-xian](#) [酸性染料比色法测定虎舌红中总生物碱的含量](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2007, 18 (7)
6. [万进. 方建国. 汤杰. 王文清. 汪秋兰](#) [酸性染料比色法测定荷叶总生物碱含量](#)[期刊论文]-[医药导报](#)2010, 29 (5)
7. [李彦博. 孙静. LI Yan-bo. SUN Jing](#) [酸性染料比色法测定莱菔子中总生物碱的含量](#)[期刊论文]-[中医药信息](#) 2010, 27 (5)
8. [作文英. 刘硕. 张抗怀. 田富元. 陈亚丽. 车晓侠. 相莉. WU Wenyong. LIU Shuo. ZHANG Kanghuai. TIAN Fuyan. CHEN Yali. CHE Xiaoxia. XIANG Li](#) [酸性染料比色法测定苦参碱脂质体中苦参碱的含量](#)[期刊论文]-[中国药房](#)2005, 16 (22)
9. [龙盛京. 陈瑶. 彭兴. LONG Sheng-jing. CHEN Yao. PENG Xing](#) [酸性染料比色法测定两面针药材总生物碱的含量](#)[期刊论文]-[食品科学](#)2007, 28 (11)
10. [杨丹. 李军. 解世全. 门启鸣. 熊英. Yang Dan. Li Jan. Xie Shi-quan. Men Qi-ming. Xiong Ying](#) [酸性染料比色法测定天仙子及其炮制品总生物碱含量](#)[期刊论文]-[中国医药导刊](#)2009, 11 (3)

引证文献(3条)

1. [赵强. 王廷璞. 董晓宁. 白斌峰. 赵海福](#) [酸性染料比色法测定红茂草中总生物碱含量](#)[期刊论文]-[中兽医医药杂志](#) 2011 (6)
2. [王绪颖. 贾晓斌. 陈彦](#) [延胡索总生物碱的提取纯化工艺研究](#)[期刊论文]-[中成药](#) 2010 (11)
3. [匡菊香. 黄雨. 刘远文. 张倩茹. 田应彪. 周旭美](#) [妇必舒涂膜剂的制备及苦参碱的含量测定](#)[期刊论文]-[中国医药科学](#) 2012 (6)