

• 科研交流 •

附子理中口服液中乌头类生物碱的含量测定

杨云 (河南中医学院 郑州 450003)

附子理中口服液是由中国药典1990年版收录的附子理中丸通过剂型改革研制的新药。由附子、白术、党参、干姜、甘草五味药组成,具有温中健脾的功效,对脾胃虚寒、脘腹冷痛、呕吐泄泻、手足不温有显著的疗效。附子为方中主药,其有效成分为乌头类生物碱。为提高产品质量,保证临床用药安全有效,我们对附子理中口服液中乌头类生物碱的含量测定方法进行了探讨,现将结果报道如下。

1 实验方法及结果

1.1 仪器、药品与试剂 日本岛津UV-240分光光度计;上海第二分析仪器厂721型分光光度计;附子理中口服液(河南宛西制药厂);附子、党参、白术、干姜、甘草等药材购自河南中医学院校医院;乌头碱对照品由中国药品生物制品鉴定所提供,德国产;所用试剂均为分析纯。

1.2 供试液的制备

1.2.1 对照品溶液的配制 精密称取乌头碱对照品约6mg,置100ml量瓶中,加2ml 0.05mol/L硫酸溶液,使溶解,并加水稀释至刻度,摇匀,即得。

1.2.2 供试品溶液的制备 精密量取本品10ml置分液漏斗中,加水8ml稀释,再加氢氧化钠试液调节pH值至11,用氯仿提取5次(20、15、10、10、10ml),合并氯仿液;分出乳化层,加无水硫酸钠适量,搅拌,脱水,分出氯仿液;无水硫酸钠用氯仿洗涤2次,每次5ml,合并以上3种氯仿溶液,蒸干,残渣加硫酸液(0.05mol/L)0.2ml搅拌,溶解,加少量蒸馏水稀释,移入5ml量瓶中,用水分次洗涤容器,洗液并入量瓶中,加水稀释至刻

度,摇匀,即得。

1.2.3 空白对照液的制备 按处方量称取除附子之外的各味药材,制备成缺附子口服液,精密吸取此口服液10ml,按“供试品溶液的制备”项下规定的方法制备空白对照液。

1.3 测定波长选择 精密吸取对照品溶液、空白对照液以及供试品溶液各2.0ml,分别加水1.0ml,按样品测定项下规定的方法操作,于365~500nm波长间测定吸收光谱,结果见图1。

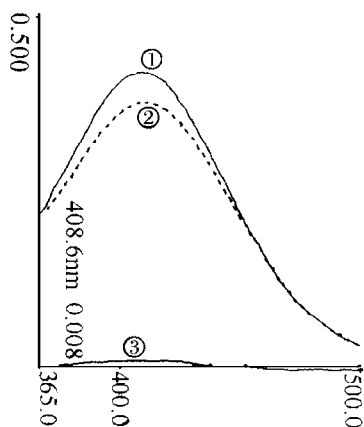


图1 吸收曲线

①乌头碱对照品
②供试品
③空白对照

从图1可以看出,乌头碱对照品溶液和供试品溶液的最大吸收波长分别为408和409nm,因此,选择408nm为测定波长。

1.4 线性关系考察 精密量取乌头碱对照品溶液1.0、1.5、2.0、2.5、3.0ml,分别置于已盛有10.0ml氯仿的分液漏斗中,各加水2.0、1.5、1.0、0.5、0.0ml,按样品测定项下规定的方法显色、测定。结果经统计学处理得回归方程: $Y = -0.009571 + 0.003037x$ $r = 0.9992$,乌头碱在71.2~213.6 μg 范围内具有良好的线性关系。

1.5 稳定性试验 精密吸取供试品溶液2.0ml,照“样品测定”项下规定的方法操作并

间隔 15min 测定一次吸收度,取 1h 测定结果,吸收度分别为 0.435、0.436、0.436、0.436、0.436,结果表明,测定液在 1h 内稳定。

1.6 加样回收率试验 精密量取已知含量的附子理中口服液(0.0339mg/ml)10.0ml 置分液漏斗中,加入不同量的对照品溶液,加水稀释至 20ml,照“供试品溶液的制备”项下规定的方法萃取,定容于 10.0ml 量瓶中,精密量取此液 2.0ml 按“样品测定”项下规定的方法显色,测定吸收度,并计算回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收率实验(mg)

序号	样品中含量	对照品加入量	测得量	回收率(%)
1	0.339	0.356	0.684	96.79
2	0.339	0.356	0.678	95.22
3	0.339	0.356	0.701	101.69
4	0.339	0.285	0.611	95.44
5	0.339	0.285	0.609	94.73
平均回收率(%)		96.79	RSD(%) 2.95	

1.7 样品测定 精密吸取供试品溶液 2.0ml,加水 1.0ml,再加入溴麝香草酚蓝试液 2.0ml,邻苯二甲酸氢钾—氢氧化钠缓冲液(pH 5.4)5.0ml,振摇 3min,静置 1h,氯仿层用脱脂棉滤过,弃去初滤液,取续滤液,于 408nm 波长处测定吸收度,结果见表 2。

表 2 样品测定结果 (n=2)

批号	总生物碱含量平均值(mg/ml)
930301	0.03705
930103	0.0363
930107	0.03515

2 讨论

2.1 乌头类生物碱的含量测定方法很多,如薄层比色法^[1]、酸性染料比色法^[2]等,其中较简便又常用的为中和法和酸性染料比色法,我们曾采用中和法测定口服液中乌头类生物碱含量,但由于生物碱含量低,需消耗大量样品。而采用本文所报道的方法,灵敏度高,线性范围宽、重现性及稳定性均较理想。

2.2 溴麝香草酚蓝指示液按药典规定方法配制后,应过滤,否则影响稳定性。

2.3 缓冲液(pH 5.4)配制:取邻苯二甲酸氢钾 2.0g,加水 50ml 使溶解,加 0.2mol/L 氢氧化钠溶液 35.45ml,加水稀释至 200ml,摇匀,即得。

参考文献

- [1]中国医学科学院药物研究所. 薄层层析在中草药分析中的应用. 北京科技出版社,1978:174
[2]杨华元等. 中成药 1992;14(11):10

(收稿:1996-09-12)