

# 乌头类药材酯型生物碱含量测定方法的优化

黄志芳<sup>1</sup>, 易进海<sup>1\*</sup>, 唐小龙<sup>1,2</sup>, 刘云华<sup>1</sup>, 陈燕<sup>1</sup>, 刘玉红<sup>1</sup>

(1. 四川省中医药科学院, 成都 610041; 2. 成都中医药大学, 成都 611137)

**[摘要]** 目的: 优化乌头类药材酯型生物碱的含量测定方法。方法: 对《中国药典》2010 年版 I 部附子、川乌酯型生物碱含量测定项下供试品和对照品溶液的制备方法进行比较研究。结果: 附子、川乌粉末用酸水超声提取制备供试品溶液, 其酯型生物碱的含量明显高于药典制备方法; 对照品采用 0.05% 盐酸甲醇溶解, 6 种酯型生物碱成分稳定。结论: 本文供试品和对照品溶液的制备方法简便可行, 为进一步完善药典乌头类药材中酯型生物碱的含量测定提供参考。

**[关键词]** 附子; 川乌; 酯型生物碱; 供试品制备; 含量测定

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)14-0101-04

**[doi]** 10.11653/syjf2013140101

## Optimization of Ester-type Alkaloids Determination Method in Aconites Medicinal Material

HUANG Zhi-fang<sup>1</sup>, YI Jin-hai<sup>1\*</sup>, TANG Xiao-long<sup>1,2</sup>, LIU Yun-hua<sup>1</sup>, CHEN Yan<sup>1</sup>, LIU Yu-hong<sup>1</sup>

(1. Sichuan Academy of Chinese Medicine Sciences, Chengdu 610041, China;

2. Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize the method for the ester-type alkaloids determination in aconites medicinal material. **Method:** We compared the preparation methods of sample and reference solutions according to procedure in the assay under Aconiti lateralis radix praeparata and Radix Aconiti Praeparata in ChP. Vol I 2010 Edition. **Result:** When the samples were extracted with HCl solution ( $0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ) by sonication, the contents of six ester-type alkaloids were higher than which extracted with method of ChP. Vol I (2010 Edition). When the reference substances were dissolved in 0.05% HCl-methanol, the six ester-type alkaloids were stable. **Conclusion:** The method is accurate, credible and provide reference for improving the method for the ester-type alkaloids determination of aconites medicinal material in ChP.

**[Key words]** Aconiti lateralis radix praeparata; Radix Aconiti Praeparata; sample preparation; ester-type alkaloids; determination

附子、川乌分别为毛茛科植物乌头 *Aconitum carmichaelii* Debx. 的子根、母根及其加工品<sup>[1]</sup>, 是临床常用中药, 其主要毒、效成分为双酯型生物碱, 如

新乌头碱(mesaconitine)、乌头碱(aconitine)、次乌头碱(hypaconitine)等毒性很强, 经炮制加工后此类成分可水解转化为苯甲酰乌头原碱(benzoylaconine)、苯甲酰次乌头原碱(benzoylhypaconine)和苯甲酰新乌头原碱(benzoylmesaconine)等单酯型生物碱<sup>[2-4]</sup>。《中国药典》2010 年版一部附子、川乌质量标准项下测定了酯型生物碱的含量, 本文研究表明采用酸水超声提取制备供试品溶液, 其酯型生物碱的含量明显高于药典异丙醇-乙酸乙酯混合溶液的制备方法; 对照品采用 0.05% 盐酸甲醇溶解, 6 种酯型生物碱成分稳定。本文提供的供试品和对照品溶液的制备

**[收稿日期]** 20110915(007)

**[基金项目]** 国家重点基础研究发展计划(973 计划)项目(2009CB522804); 国家科技支撑计划项目(2011BAI13B05)

**[第一作者]** 黄志芳, 副研究员, 从事中药质量与新药研究, Tel: 028-85210843, E-mail: huangzf74@163.com

**[通讯作者]** \* 易进海, 研究员, Tel: 028-85210843, E-mail: yijinhai@yahoo.com.cn

方法,为进一步完善药典乌头类药材中酯型生物碱的含量测定方法提供参考。

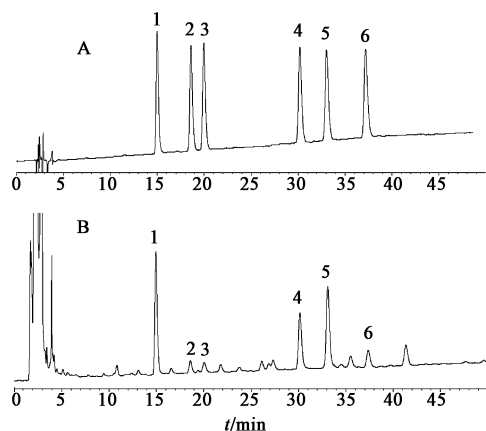
### 1 仪器与试剂

Agilent 1200 型高效液相色谱仪(包括四元泵, DAD 检测器,柱温箱,自动进样器,工作站); HU10300/40B 型超声波清洗仪; AUW220D 型岛津 1/10 万天平; Sigma3K15 型高速冷冻离心机; Millipore Milli-Q Integral 3 型超纯水机。

实验药材购于成都荷花池药材市场和四川新荷花中药饮片有限公司,由四川省中医药科学院舒光明研究员鉴定。乌头碱(批号 110720-200410,供含量测定用)、次乌头碱(批号 110798-200404,供含量测定用)、新乌头碱对照品(批号 110799-200404,供含量测定用)购自中国药品生物制品检定所。苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱对照品由本实验室从制川乌中分得,其纯度分别为 99.2%、97.8%、98.4%,经理化性质和光谱数据分析,鉴定其结构。乙腈、四氢呋喃为美国 Fisher 色谱纯;水为超纯水;其余试剂均为分析纯。

### 2 6 种酯型生物碱的含量测定

**2.1 色谱条件<sup>[1]</sup>** Eclipse XDB C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);柱温 35 °C;流动相 A 为 0.1 mol·L<sup>-1</sup> 醋酸铵溶液(每 1 000 mL 加 0.5 mL 冰醋酸),B 相为乙腈-四氢呋喃(25:15)混合溶液,梯度洗脱(0~48 min,85%~74% A,15%~26% B;48~49 min,74%~65% A,26%~35% B,维持 9 min)。流速 1 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 235 nm,进样量 50 μL。对照品溶液及供试品溶液的色谱图见图 1。



1. 苯甲酰新乌头原碱;2. 苯甲酰乌头原碱;3. 苯甲酰次乌头原碱;  
4. 新乌头碱;5. 次乌头碱;6. 乌头碱

图 1 对照品(A)白附片 1(B)HPLC 色谱图

**2.2 供试品溶液制备方法的比较研究** 药典方法<sup>[1]</sup>:取药材粉末(过三号筛)约 2 g,精密称定,置

具塞锥形瓶中,加氨试液 3 mL,精密加入异丙醇-乙酸乙酯(1:1)50 mL,摇匀,称定质量,超声处理(功率 300 W,频率 40 kHz;水温在 25 °C 以下)30 min,放冷,再称定质量,用异丙醇-乙酸乙酯(1:1)混合溶液补足减失的质量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 25 mL,40 °C 以下减压回收溶剂至干,残渣精密加入异丙醇-二氯甲烷(1:1)混合溶液 3 mL 溶解,滤过,取续滤液,即得。

本文方法:取药材末(过三号筛)约 3 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 0.05 mol·L<sup>-1</sup> 盐酸溶液 50 mL,摇匀,超声处理(功率 300 W,频率 40 kHz)30 min,放冷,摇匀,于 12 000 r·min<sup>-1</sup> 离心 5 min。上清液滤过,取续滤液,即得。

按上述两种制备方法,分别进样 10 μL 和 50 μL,测定 5 批样品的含量,结果见表 1。由表 1 可知,以 0.05 mol·L<sup>-1</sup> 盐酸溶液超声提取,5 批样品中 6 种酯型生物碱的含量均比药典制备方法明显提高。

**2.3 对照品溶液的制备** 取新乌头碱、次乌头碱、乌头碱、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱、苯甲酰乌头原碱对照品适量,精密称定,加 0.05% 盐酸甲醇溶液配置成每 1 mL 含新乌头碱 0.153 72 mg、次乌头碱 0.154 56 mg、乌头碱 0.159 6 mg、苯甲酰新乌头原碱 0.160 92 mg、苯甲酰次乌头原碱 0.156 6 mg、苯甲酰乌头原碱 0.150 08 mg 的混合对照品溶液 I。精密吸取上述混合对照品溶液 1 mL,加 0.05% 盐酸甲醇溶液稀释至 10 mL,摇匀,即得混合对照品溶液 II。

**2.4 供试品溶液的制备** 取药材粉末(过三号筛)约 3 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 0.05 mol·L<sup>-1</sup> 盐酸溶液 50 mL,摇匀,超声处理(功率 300 W,频率 40 kHz)30 min,放冷,摇匀,于 12 000 r·min<sup>-1</sup> 离心 5 min。上清液滤过,取续滤液,即得。

**2.5 检测限与定量限** 在选定的色谱条件下,当信噪比为 3 时,测得苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱和苯甲酰次乌头原碱的检测限为 4 ng;新乌头碱、次乌头碱和乌头碱的检测限为 5 ng;当信噪比为 10 时,测得苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱和苯甲酰次乌头原碱的定量限为 13 ng,新乌头碱、次乌头碱和乌头碱的定量限为 15 ng。

**2.6 线性关系考察** 精密吸取 2.3 项下混合对照品溶液 I 5,10,15,20 μL 和混合对照品溶液 II 2,5,10,15,20 μL,注入液相色谱仪中,以进样量(μg)为横坐标,对照品峰面积(A)为纵坐标,绘制标准曲线。结果见表 2。

表1 供试品溶液制备方法对酯型生物碱含量的影响

g·g<sup>-1</sup>

提取方法	No.	新乌头碱	乌头碱	次乌头碱	苯甲酰新乌头原碱	苯甲酰乌头原碱	苯甲酰次乌头原碱
药典方法	白附片1	6.003 × 10 <sup>-5</sup>	2.092 × 10 <sup>-5</sup>	6.822 × 10 <sup>-5</sup>	1.120 × 10 <sup>-4</sup>	1.904 × 10 <sup>-5</sup>	1.294 × 10 <sup>-5</sup>
	黑顺片1	9.921 × 10 <sup>-6</sup>	5.967 × 10 <sup>-6</sup>	9.349 × 10 <sup>-6</sup>	1.453 × 10 <sup>-4</sup>	2.269 × 10 <sup>-5</sup>	4.657 × 10 <sup>-5</sup>
	生附子1	7.941 × 10 <sup>-4</sup>	2.393 × 10 <sup>-4</sup>	5.504 × 10 <sup>-4</sup>	5.391 × 10 <sup>-5</sup>	8.488 × 10 <sup>-6</sup>	8.507 × 10 <sup>-6</sup>
	制川乌1	3.485 × 10 <sup>-5</sup>	1.323 × 10 <sup>-5</sup>	1.718 × 10 <sup>-4</sup>	6.372 × 10 <sup>-4</sup>	1.131 × 10 <sup>-4</sup>	3.010 × 10 <sup>-4</sup>
	生川乌1	2.912 × 10 <sup>-4</sup>	6.343 × 10 <sup>-5</sup>	6.674 × 10 <sup>-4</sup>	2.064 × 10 <sup>-4</sup>	2.833 × 10 <sup>-5</sup>	7.792 × 10 <sup>-5</sup>
本文方法	白附片1	6.917 × 10 <sup>-5</sup>	2.456 × 10 <sup>-5</sup>	8.094 × 10 <sup>-5</sup>	1.424 × 10 <sup>-4</sup>	2.485 × 10 <sup>-5</sup>	1.560 × 10 <sup>-5</sup>
	黑顺片1	1.407 × 10 <sup>-5</sup>	7.255 × 10 <sup>-6</sup>	1.256 × 10 <sup>-5</sup>	2.018 × 10 <sup>-4</sup>	3.241 × 10 <sup>-5</sup>	6.449 × 10 <sup>-5</sup>
	生附子1	1.010 × 10 <sup>-3</sup>	3.212 × 10 <sup>-4</sup>	7.185 × 10 <sup>-4</sup>	6.344 × 10 <sup>-5</sup>	1.102 × 10 <sup>-5</sup>	1.164 × 10 <sup>-5</sup>
	制川乌1	4.001 × 10 <sup>-5</sup>	1.713 × 10 <sup>-5</sup>	2.012 × 10 <sup>-4</sup>	7.439 × 10 <sup>-4</sup>	1.421 × 10 <sup>-4</sup>	3.481 × 10 <sup>-4</sup>
	生川乌1	3.753 × 10 <sup>-4</sup>	8.258 × 10 <sup>-5</sup>	8.843 × 10 <sup>-4</sup>	2.768 × 10 <sup>-4</sup>	3.898 × 10 <sup>-5</sup>	1.027 × 10 <sup>-4</sup>

表2 线性关系

成分	线性范围/μg	线性方程	r
苯甲酰新乌头原碱	0.032 184 ~ 3.218 4	Y = 113 6.97X - 4.54	0.999 9
苯甲酰乌头原碱	0.030 016 ~ 3.001 6	Y = 117 5.89X - 1.03	0.999 9
苯甲酰次乌头原碱	0.031 32 ~ 3.312	Y = 117 1.84X + 0.01	0.999 9
新乌头碱	0.030 744 ~ 3.074 4	Y = 124 0.75X - 6.13	0.999 9
次乌头碱	0.030 912 ~ 3.091 2	Y = 123 4.75 X + 0.75	0.999 9
乌头碱	0.031 92 ~ 3.192	Y = 112 8.57X + 8.72	0.999 9

**2.7 精密度试验** 精密吸取供试品溶液(白附片1)50 μL,注入液相色谱仪,重复进样5次,按2.1项下色谱条件进行检测,记录峰面积,苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱、新乌头碱、乌头碱、次乌头碱峰面积的RSD分别为0.5%,0.7%,0.9%,1.0%,1.5%,0.7%(n=5),表明仪器精密度好。

**2.8 重复性试验** 取同一批附子粉末(白附片1)约3g,共5份,精密称定,照2.4项下方法制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液各50 μL,注入液相色谱仪,按2.1项下色谱条件进行检测,记录峰面积,计算含量。苯甲酰新乌头原碱的平均含量为1.424 × 10<sup>-4</sup> g·g<sup>-1</sup>(RSD 1.3%);苯甲酰乌头原碱的平均含量为2.485 × 10<sup>-5</sup> g·g<sup>-1</sup>(RSD 1.8%);苯甲酰次乌头原碱的平均含量为1.560 × 10<sup>-5</sup> g·g<sup>-1</sup>(RSD 2.1%);新乌头碱的平均含量为6.917 × 10<sup>-5</sup> g·g<sup>-1</sup>(RSD 1.9%);乌头碱的平均含量为2.456 × 10<sup>-5</sup> g·g<sup>-1</sup>(RSD 2.2%);次乌头碱的平均含量为8.094 × 10<sup>-5</sup> g·g<sup>-1</sup>(RSD 1.8%)(n=5)。

**2.9 稳定性试验** 取同一供试品溶液(白附片1),于室温0,1,4,8,24 h进样测定,苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱、新乌头碱、

乌头碱、次乌头碱峰面积的RSD分别为0.7%,1.1%,1.2%,1.2%,1.7%,1.3%(n=5),表明供试品溶液在24 h内稳定。

**2.10 加样回收率试验** 取已知含量的样品(白附片1)1.5g,共6份,精密称定,准确加入与样品中含量等量的对照品,照含量测定项下操作,测定含量,计算回收率。苯甲酰新乌头原碱的平均回收率为100.2%(RSD 1.4%);苯甲酰乌头原碱的平均回收率为97.2%(RSD 2.1%);苯甲酰次乌头原碱的平均回收率为99.1%(RSD 2.0%);新乌头碱的平均回收率为96.1%(RSD 1.9%);乌头碱的平均回收率为94.6%(RSD 2.6%);次乌头碱的平均回收率为95.8%(RSD 1.9%)(n=6)。

**2.11 含量测定** 取附子、川乌粉末约3g,照2.4项方法制备供试品溶液,按2.1项色谱条件测定了15批药材中6种酯型生物碱的含量,结果见表3。

### 3 讨论

**3.1 供试品溶液的制备方法** 文献[5-7]均用盐酸溶液超声提取测定酯型生物碱的含量,本文对酸水浓度(0.025,0.05,0.1,0.2 mol·L<sup>-1</sup>)进行了考察,结果表明,以0.05 mol·L<sup>-1</sup>盐酸溶液提取效果为佳。酸水溶液直接进样50 μL,6种酯型生物碱色谱峰分离均良好。此外,对取样量进行了考察,结果表明,取样量为2或3g时,6种酯型生物碱的含量无显著性差异,取样量为4g时,6种酯型生物碱的含量降低约10%,药典规定的取样量为2g,由于所测成分的含量很低,应适当增加取样量,故确定取样量为3g,进样20~50 μL。按本文方法所测6种酯型生物碱的含量明显高于药典方法,因此,建议《中国药典》采用本文供试品溶液的制备方法,以保证其测定结果客观、准确。

表 3 6 种酯型生物碱的含量测定 (n = 2)

g · g<sup>-1</sup>

No.	新乌头碱	乌头碱	次乌头碱	双酯型生物碱总含量	苯甲酰新乌头原碱	苯甲酰乌头原碱	苯甲酰次乌头原碱	单酯型生物碱总含量	
白附片	1	6.917 × 10 <sup>-5</sup>	2.456 × 10 <sup>-5</sup>	8.094 × 10 <sup>-5</sup>	1.747 × 10 <sup>-4</sup>	1.424 × 10 <sup>-4</sup>	2.485 × 10 <sup>-5</sup>	1.560 × 10 <sup>-5</sup>	1.829 × 10 <sup>-4</sup>
	2	3.084 × 10 <sup>-5</sup>	9.013 × 10 <sup>-6</sup>	6.986 × 10 <sup>-5</sup>	1.097 × 10 <sup>-4</sup>	7.029 × 10 <sup>-5</sup>	1.591 × 10 <sup>-5</sup>	1.825 × 10 <sup>-5</sup>	1.045 × 10 <sup>-4</sup>
	3	3.873 × 10 <sup>-5</sup>	1.848 × 10 <sup>-5</sup>	1.553 × 10 <sup>-4</sup>	2.125 × 10 <sup>-4</sup>	1.632 × 10 <sup>-4</sup>	3.019 × 10 <sup>-5</sup>	4.039 × 10 <sup>-5</sup>	2.338 × 10 <sup>-4</sup>
黑顺片	1	1.407 × 10 <sup>-5</sup>	7.255 × 10 <sup>-6</sup>	1.256 × 10 <sup>-5</sup>	3.389 × 10 <sup>-5</sup>	2.018 × 10 <sup>-4</sup>	3.241 × 10 <sup>-5</sup>	6.449 × 10 <sup>-5</sup>	2.987 × 10 <sup>-4</sup>
	2	1.153 × 10 <sup>-5</sup>	8.912 × 10 <sup>-6</sup>	1.394 × 10 <sup>-4</sup>	1.598 × 10 <sup>-4</sup>	1.631 × 10 <sup>-4</sup>	3.962 × 10 <sup>-5</sup>	7.425 × 10 <sup>-5</sup>	2.770 × 10 <sup>-4</sup>
	3	2.579 × 10 <sup>-5</sup>	9.035 × 10 <sup>-6</sup>	3.406 × 10 <sup>-5</sup>	6.889 × 10 <sup>-5</sup>	2.385 × 10 <sup>-4</sup>	3.672 × 10 <sup>-5</sup>	1.533 × 10 <sup>-5</sup>	2.903 × 10 <sup>-4</sup>
生附子	1	1.010 × 10 <sup>-3</sup>	3.212 × 10 <sup>-4</sup>	7.185 × 10 <sup>-4</sup>	2.050 × 10 <sup>-3</sup>	6.344 × 10 <sup>-5</sup>	1.102 × 10 <sup>-5</sup>	1.164 × 10 <sup>-5</sup>	8.610 × 10 <sup>-5</sup>
	2	3.080 × 10 <sup>-4</sup>	4.429 × 10 <sup>-5</sup>	1.069 × 10 <sup>-3</sup>	1.421 × 10 <sup>-3</sup>	1.525 × 10 <sup>-4</sup>	1.035 × 10 <sup>-5</sup>	3.544 × 10 <sup>-5</sup>	1.983 × 10 <sup>-4</sup>
	3	5.647 × 10 <sup>-4</sup>	9.349 × 10 <sup>-5</sup>	1.315 × 10 <sup>-3</sup>	1.973 × 10 <sup>-3</sup>	7.262 × 10 <sup>-5</sup>	8.946 × 10 <sup>-6</sup>	1.897 × 10 <sup>-5</sup>	1.005 × 10 <sup>-4</sup>
制川乌	1	4.001 × 10 <sup>-5</sup>	1.713 × 10 <sup>-5</sup>	2.012 × 10 <sup>-4</sup>	2.583 × 10 <sup>-4</sup>	7.439 × 10 <sup>-4</sup>	1.421 × 10 <sup>-4</sup>	3.481 × 10 <sup>-4</sup>	1.234 × 10 <sup>-3</sup>
	2	7.023 × 10 <sup>-6</sup>	1.714 × 10 <sup>-5</sup>	5.873 × 10 <sup>-5</sup>	8.289 × 10 <sup>-5</sup>	8.355 × 10 <sup>-4</sup>	4.279 × 10 <sup>-4</sup>	1.712 × 10 <sup>-4</sup>	1.436 × 10 <sup>-3</sup>
	3	8.513 × 10 <sup>-6</sup>	2.810 × 10 <sup>-5</sup>	5.797 × 10 <sup>-5</sup>	9.458 × 10 <sup>-5</sup>	7.408 × 10 <sup>-4</sup>	5.119 × 10 <sup>-4</sup>	1.302 × 10 <sup>-4</sup>	1.383 × 10 <sup>-3</sup>
生川乌	1	3.753 × 10 <sup>-4</sup>	8.258 × 10 <sup>-5</sup>	8.843 × 10 <sup>-4</sup>	1.342 × 10 <sup>-3</sup>	2.768 × 10 <sup>-4</sup>	3.898 × 10 <sup>-5</sup>	1.027 × 10 <sup>-4</sup>	4.185 × 10 <sup>-4</sup>
	2	2.793 × 10 <sup>-4</sup>	5.176 × 10 <sup>-5</sup>	3.815 × 10 <sup>-4</sup>	7.126 × 10 <sup>-4</sup>	3.072 × 10 <sup>-4</sup>	1.254 × 10 <sup>-5</sup>	3.608 × 10 <sup>-5</sup>	3.558 × 10 <sup>-4</sup>
	3	6.452 × 10 <sup>-4</sup>	1.924 × 10 <sup>-4</sup>	1.309 × 10 <sup>-3</sup>	2.147 × 10 <sup>-3</sup>	1.302 × 10 <sup>-4</sup>	1.234 × 10 <sup>-5</sup>	4.386 × 10 <sup>-5</sup>	1.864 × 10 <sup>-4</sup>

**3.2 乌头类酯型生物碱在碱性条件下稳定性差,故《中国药典》2010 年版一部附子、川乌的含量测定,采用加氨试液碱化后用异丙醇-乙酸乙酯(1:1)提取,其超声及回收均分别控制温度在 25℃ 和 40℃ 以下,实验条件较为苛刻。此外,我们还发现以异丙醇-二氯甲烷(1:1)或异丙醇-三氯甲烷(1:1)作为溶解溶剂,不同来源或批次的溶剂有时可能会导致色谱峰分裂或出现鬼峰,干扰测定,文献[7]亦有类似的报道。我们的研究结果和文献[5]报道表明,酯型生物碱在酸性条件下稳定,因而本文采用 0.05 mol·L<sup>-1</sup>盐酸溶液超声提取无需控制温度,酸水可直接进样 50 μL,6 种酯型生物碱色谱峰分离良好,供试品制备方法简便,易于操作。**

**3.3 对照品溶液的稳定性** 文献[8]报道乌头碱类生物碱结构不稳定,甲醇、无水乙醇、乙酸乙酯、乙腈等多种溶剂均能使其结构转化,测定结果不易重复。本文将混合对照品 0.05% 盐酸甲醇溶液于 40℃ 分别放置 0,7,15,22 d,测定峰面积,考察其稳定性,结果表明,以 0.05% 盐酸甲醇溶液作溶剂,6 种酯型生物碱稳定性良好,峰面积 RSD 均 < 2%。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:36,37,177.

[2] 陈东安,易进海,黄志芳,等. 附子煎煮过程中酯型生物碱含量的动态变化研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011,17(3):64.

[3] 李志勇,张硕峰,畅洪昇,等. 不同炮制时间附子饮片双酯型生物碱含量变化与饮片安全的相关性研究[J]. 中国中药杂志,2009,34(9):1086.

[4] 李启艳,朱日然,张学顺,等. 附子及其炮制品中生物碱类成分的 ESI-MS<sup>n</sup> 研究[J]. 中国实验方剂学杂志 2011,17(17):90.

[5] XIE Ying, JIANG Zhihong, ZHOU Hua, et al. Simultaneous determination of six *Aconitum* alkaloids in proprietary Chinese medicines by high-performance liquid chromatography [J]. J chromatography A, 2005, (1093):195.

[6] WANG Zhaohong, WEN Jiao, XING Junbo, et al. Quantitative determination of diterpenoid alkaloids in four species of *Aconitum* by HPLC [J]. J Pharma Biomed Anal,2006,(40):1031.

[7] Dezső Csopor, Eva MariaWenzig, István Zupkó, et al. Qualitative and quantitative analysis of aconitine-type and lipo-alkaloids of *Aconitum carmichaelii* roots [J]. J Chromatography A,2009,(1216):2079.

[8] 张聿梅,鲁静,蒋渝,等. 川乌和制川乌中单酯及双酯型生物碱成分的含量测定[J]. 药物分析杂志,2005, 25(7):807.

[责任编辑 顾雪竹]