

中药材川乌中乌头碱、次乌头碱、新乌头碱含量检测

1. 背景介绍

川乌为毛茛科植物乌头的干燥母根。川乌含有生物碱类成分，具有较高的药用价值，具有祛风除湿、温经止痛、抗炎降压等功效，也可用于治疗风湿痹、心腹冷痛、寒疝作痛、关节疼痛等病症，因其能够刺激皮肤，继而有麻木感产生，故可用作镇痛剂。其主要药用有效成分为生物碱类化合物，如乌头碱、次乌头碱及新乌头碱等，而不同产地川乌中所含药用有效成分的含量差异较大，所以，有必要采用一种有效的方法对中药材川乌中所含的有效成分乌头碱、次乌头碱及新乌头碱进行检测。因此，本实验按照《中国药典》2015 版的要求，采用 HPLC-UV 建立了中药材川乌中乌头碱、次乌头碱、新乌头碱含量的测定方法，可有效实现川乌中药材的质量控制。

2. 样品制备

对照品溶液制备：取乌头碱对照品、次乌头碱对照品、新乌头碱对照品适量，甲异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液分别制成每 1 mL 含乌头碱 50 μ g、次乌头碱和新乌头碱各 0.15 mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备：取川乌粉末（过三号筛）约 2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加氨试液 3 mL，精密加异丙醇-乙酸乙酯（1:1）混合溶液 50 mL，称定重量，超声处理（功率 300 W，频率 40 kHz；水温在 25℃以下）30 分钟，放冷，再称定重量，用异丙醇-乙酸乙酯（1:1）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液 25 mL，40℃以下减压回收溶剂至干，残渣精密加入异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液 3 mL 溶解，滤过，取续滤液，即得。

3. 测试条件

仪器	EasySep®-1020 液相色谱系统，配备 UV 检测器		
色谱柱	Global Chromatography GS-120-5-C18-AP 250×4.6 mm, 5 μ m		
流速	1.0 mL/min	柱温	35℃
流动相	流动相 A：乙腈-四氢呋喃（25：15），流动相 B：0.1 mol/L 醋酸铵溶液（每 1000 mL 加冰醋酸 0.5 mL）；梯度洗脱		
检测波长	235 nm		

梯度洗脱程序

时间（min）	A%	B%
0	15	85
48	26	74
49	35	65
58	35	65
65	15	85
80	15	85

4. 测试结果

1) 对照品色谱图

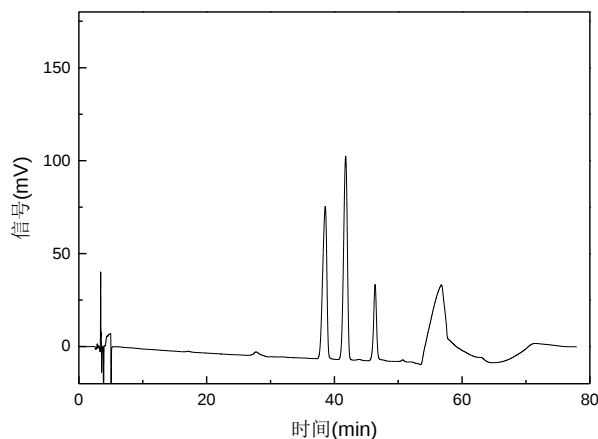
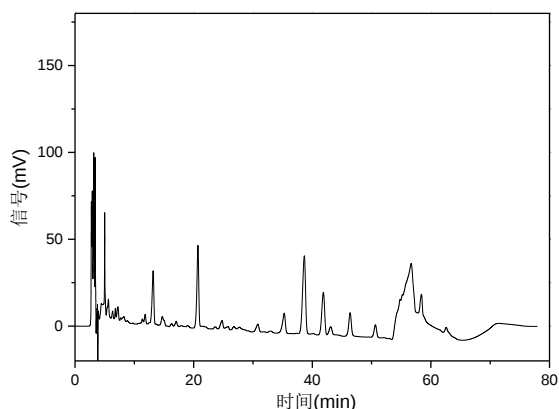


图 1 对照品检测色谱图

序号	保留时间	名称	峰面积	峰分离度	理论塔板数
1	38.579		3706848	2.80	17010
2	41.772		4450076	4.70	24688
3	46.380		1358874	0.00	45941
总计			9515798		

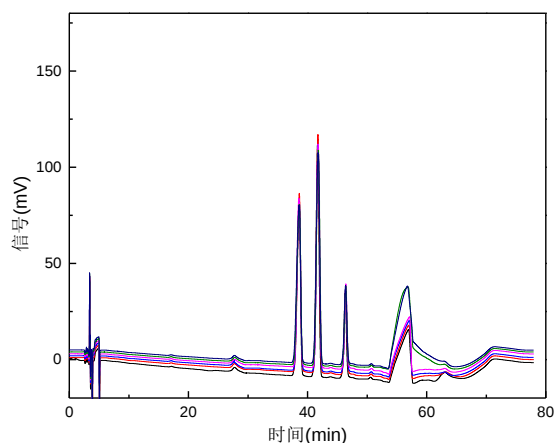
2) 样品色谱图



序号	保留时间	名称	峰面积	峰分离度	理论塔板数
1	38.659		1552240	3.56	29254
2	41.876		817328	5.18	36516
3	46.388		439307	0.00	48941
总计			2808875		

图 2 样品检测色谱图

3) 重复性考察



精密吸取对照品溶液，进液相色谱测定，重复进样 6 次，计算保留时间 $RSD \leq 0.5\%$ ，峰面积 $RSD \leq 2.0\%$ ，方法的定性定量重复性良好。

5.结论

采用 EasySep®-1020 液相色谱系统，配备 UV 检测器、Global Chromatography GS-120-5-C18-AP 色谱柱可以实现中药材川乌中乌头碱、次乌头碱、新乌头碱含量的检测，方法准确、灵敏度高，可以满足日常分析检测要求。

6.配置列表

仪器配置	EasySep®-1020 二元梯度液相色谱仪（配自动进样器、柱温箱）
	EasySep®-1020 UV 检测器
	Unimicro 色谱工作站

