

附錄 XIV 烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼檢查法

雙酯型烏頭類生物鹼，主要包括烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼，存在於毛茛科烏頭屬植物中，其毒性主要為心臟毒性及神經毒性。有關藥材經炮裂後，可降低雙酯型烏頭類生物鹼的含量，以降低毒性。因此有需要對含烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼的藥材進行檢查，規定其限度。

方法

照附錄 IV(B) 進行。

對照品溶液

烏頭鹼對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取烏頭鹼對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 0.01 M 鹽酸中。

次烏頭鹼對照品儲備液 *Std-Stock* (2000 mg/L)

精密稱取次烏頭鹼對照品 10.0 mg，溶解於 5 mL 0.01 M 鹽酸中。

中烏頭鹼對照品儲備液 *Std-Stock* (1 000 mg/L)

精密稱取中烏頭鹼對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 0.01 M 鹽酸中。

烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼混合對照品溶液 *Std-DE*

分別精密吸取烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼對照品儲備液適量，混合並以 0.01 M 鹽酸稀釋製成含烏頭鹼和中烏頭鹼分別為 0.5、1、2、3、4 mg/L，次烏頭鹼為 5、10、20、30、40 mg/L 系列的混合對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 10-mL 離心管中，精密加 50% 甲醇 5 mL，超聲 (490 W) 處理 60 分鐘，離心 5 分鐘 (約 1800 × g)，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 240nm；4.6 X 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m，pH : I-12) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	碳酸氫銨溶液* (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 60	70 → 45	30 → 55	綫性梯度

* 碳酸氫銨溶液

取碳酸氫銨 0.2 g，溶解於 1 L 水中，加 1 mL 濃氨溶液，調 pH 至 10。

系統適用性要求

將次烏頭鹼對照品溶液 *Std-DE* (20 mg/L) 20 μ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：次烏頭鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；次烏頭鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按次烏頭鹼峰計算應不低於 30000。

供試品測試中次烏頭鹼峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.0。

標準曲綫

將烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼系列混合對照品溶液 *Std-DE* 各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼的峰面積和相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼混合對照品溶液 *Std-DE* 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼峰。二色譜圖中烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼相應峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV(B) 公式計算供試品溶液中的烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼的濃度 (mg/L)，並計算樣品中烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含烏頭鹼 ($C_{34}H_{47}NO_{11}$)、次烏頭鹼 ($C_{33}H_{45}NO_{10}$) 和中烏頭鹼 ($C_{33}H_{45}NO_{11}$) 的總量不多於各品種項下的規定。