

A SCOPOLIA LURIDA GYÖKÉR ÉS GYÖKÉRKIVONATOK ALKALOID-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA NÁTRIUM DIOKTILSZULFOSZUKCINÁT MÉRŐOLDATTAL

Gyéresi Á., Szánthó Klaudia, Fülöp L.

A szakirodalom (10) és saját vizsgálataink (3,4) eredményei egybehangzóan igazolják a *Scopolia lurida* syn. *Anisodus luridus* (Solanaceae) gyökér hatóanyag-tartalmának sokrétűségét.

Vizsgálataink során — melyeknek célja a *Scopolia lurida* atropinforrásként történő hazai hasznosítása — szükségessé vált egy félmikro-jellegű módszer kidolgozása a *Scopolia lurida* gyökér és kivonatok alkaloid-tartalmának meghatározására.

A hagyományos módszerek — köztük a IX. Román Gyógyszerkönyv (9) „*Belladonnae radix*“ cikkelyénél előírt meghatározás — gyakorlatilag nem alkalmazhatók a *Scopolia lurida* gyökér esetén, ennek gazdag illóba- zis, valamint szkopoletin tartalma miatt.

Alapul véve, hogy számos közlemény (1, 2, 5—8) foglalkozik a szer- ves bázisok, illetve alkaloidok anionikus felületaktív anyagokkal (pl. ná- trium-dioktilszulfoszukcinát) való komplexképzésével, félmikro-jellegű módszert dolgoztunk ki az említett célra. Munkánk kiindulópontjául szol- gáltak *Pellerin* és mtsai (6—8), valamint *Matolecsy* (5) eredményei az alka- loidok — köztük az atropin — meghatározása terén.

Az általunk javasolt módszer lényege az, hogy az atropin és más szer- ves bázisok nátrium-dioktilszulfoszukcináttal (DOOS—Na) vizes fázisban oldhatatlan, de szerves fázisban (kloroform) oldódó komplexet alkotnak.

Anyag és módszer

- 0,005 M DOSS—Na mérőoldat*) (2,40 g DOSS—Na/1000 ml),
- 0,01 M DOSS—Na mérőoldat (4,80 g DOSS—Na/1000 ml),
- pH=2,2 tompító oldat (20 ml 0,2 M $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + 980 ml 0,1 M citromsav oldat),
- indikátor: dimetilsárga (2r.) + malachitzöld (1r.) 0,1 %-os kloro- formos oldatai,
- kloroform p.a.

A módszer pontosságának megállapítására, modellkísérletként, egy sorozatmeghatározást végeztünk 0,2 %-os híg alkoholos atropin szulfát oldatot használva. Ennek során 5 g körüli oldatrészleteket mértünk be, előzetesen az alkoholt vízfürdőn elpároltuk. Ezzel párhuzamosan 20 ml kloroform és 10 ml tompító oldat (pH=2,2) keverékéhez 5 csepp indiká-

*) a faktor beállítása szárított papaverin klórhidráttal történt: 0,1870 g/100 ml oldatból 10 ml-es oldatrészleteket az atropin szulfátnál leírt módon titráltunk (1 ml DOSS—Na 0,005 M 0,0018792 g papaverin klórhidrátot jelez).

tort adtunk, majd néhány csepp mérőoldat (0,005 M DOSS—Na) segítségével a szint mályvavörösre állítottuk be. A keveréket az előbbi atropin-tartalmú oldathoz öntöttük, majd — mikrobürettát használva — titráltunk, míg a kloroformos réteg színe újra mályvavörösre változott.

1. táblázat

Atropin szulfát meghatározása 0,005 M DOSS—Na mérőoldattal

Mérés sor-száma	Bemért atropin szul- fát (mg)	Meghatározott atropin szulfát mg	%	El térés a középérték től %	Statisztikai számítás
1.	8,521	8,334	97,80	— 0,04	
2.	8,506	8,335	97,97	+ 0,13	
3.	8,581	8,399	97,87	+ 0,03	$\bar{x} = 97,84\%$
4.	8,716	8,465	97,12	— 0,72	$k = 9$
5.	8,884	8,725	98,21	+ 0,37	$\alpha = 95$
6.	8,620	8,356	96,94	— 0,90	$t = 2,26$
7.	8,695	8,334	98,15	+ 0,31	$S\bar{x} = 0,16$
8.	8,740	8,592	98,31	+ 0,47	
9.	8,850	8,637	97,60	— 0,24	$A = 97,84 \pm 0,08$
10.	8,528	8,394	98,44	+ 0,60	

Mint az 1. táblázatba foglalt eredményeink tükrözik, a modellkísérletek eredményei jól reprodukálhatók. Tapasztalataink szerint a módszer pontossága 8—9 mg-nyi atropin-tartalom esetén optimális.

1. A *Scopolia lurida* gyökér alkaloid-tartalmának meghatározása

Az alkaloidok kivonására 1,0000 g elporított gyökérport (V. szita) zárt edényben 2 ml tömény ammónia, 2 ml alkohol és 4 ml éter hozzáadásával 3 órán át áztatjuk. A kivonást csiszolt dugós edényben 3×15 ml éter-kloroform (3:1) eleggyel végezzük. Az egyes kivonások után a kivonó folyadékot letöltjük, végül az egyesített kivonatot azonos oldószereleggyel átmedvesített papíron szűrjük. A lombikot és gyökérport 5 ml eleggyel átmoszuk (ebből szilikagél rétegre cseppentve, jodobizmut-reagenssel ellenőrizzük a kivonás teljességét).

Az átszűrt kivonatot vízfürdön bepároljuk, majd a maradékot 15 percig tovább melegítjük. Kihülés után 3 ml kloroformban oldjuk, majd újra bepároljuk és az illó-bázisok elűzésére 15 percig ismét melegítjük.

A maradékot az előzőekben leírt kétfázisú rendszerben oldjuk és az atropin szulfát-meghatározás menetét követjük.

2. A *Scopolia lurida* gyökérkivonatok alkaloid-tartalmának meghatározása

Az alkoholos kivonatok: Tinctura Scopoliae (ún. „primér“ tinktura), Tinctura Scopoliae purificata (az előző tinktura adszorpciós oszlopon való tisztításával készül), Tinctura Scopoliae (purificata) diluta meghatározá-

sánál a 2. táblázatban feltüntetett mennyiségeket mértünk be. Valamennyi esetben az alkoholt az eredeti térfogat 1,5-ére való bepárlással vízfürdön elűztük.

A sűrített *Scopolia* gyökérkivonat (Extractum spissum) a tisztított tinktura 1:100 arányú besűrítésével állítottuk elő. Ez esetben — akárcsak a gyökérnél — előzőleg éter-kloroform eleggyel (3:1) kivonást végeztünk.

A *Scopolia lurida* gyökér és a gyökérkivonatok meghatározásánál nyert eredményeket a 2. táblázat szemlélteti.

2. táblázat

Mérés sorszáma	Elnevezés	Bemért mennyiség (g)	Összalkaloid % hioszciaminban kifejezve
1.	<i>Scopoliae radix</i> *)	1,0000	2,70 — 2,97 %
2.	Tinctura <i>Scopoliae</i> *)	6,0000	0,41 — 0,45 %
3.	Tinctura <i>Scopoliae purificata</i>	6,0000	0,112 — 0,117 %
4.	Tinctura <i>Scopoliae diluta</i>	25,0000	0,027 — 0,033 %
5.	Extractum <i>Scopoliae spissum</i> *)	0,1000	5,01 — 5,21 %

*) meghatározás 0,01 M DOSS—Na mérőoldattal

Megbeszélés

1. Félmikro-jellegű térfogatosságot dolgoztunk ki a *Scopolia lurida* gyökér és az ebből előállított kivonatok (tinkturák, sűrített kivonat) alkaloid-tartalmának meghatározására.

2. A meghatározásokat 0,005, ill. 0,01 M nátrium-dioktilszulfoszukcináttal végeztük, kétfázisú: kloroform—2,2-es pH-jú tompító-oldat (2:1) rendszerben. Jelzőül dimetilsárga és malachitöld 0,1 %-os kloroformos oldatainak keverékét (2:1) használtuk.

3. Az általunk javasolt módszer segítségével úgy a gyökér, mint a kivonatok meghatározása megfelelő pontossággal végezhető.

Irodalom

1. Albert F. M., Aftalion H., Simionovici R.: Rev. Chim. (1968), 19, 5, 283; 2. Blazsek-Bodó Ágnes, Józsa Judit, Kiss Ilona: Rev. Med. (1980), 25, 1, 69; 3. Gyéresi Á., Szánthó Klaudia, Fülöp L., Rocsin M.: Cercetări în vederea valorificării speciei *Scopolia lurida* s.n. *Anisodus luridus* (fam. Solanaceae) ca sursă de atropină. Al VIII-lea Congres Național de Farmacie, București, 10—12 sept. 1984. Rezumatele lucrărilor 49; 4. Gyéresi Á., Fülöp L., Rocsin M. A., Szánthó Klaudia: Studiu privind transpunerea tehnicii cromatografiei în strat subțire pe coloană de adsorbție, pentru izolarea alcaloizilor tropanici din extracte vegetale. Sesiunea anuală de valorificare a cercetării științifice a Centrului de Cercetări Medicale Tirgu

Mureş, 1981. Rezumatele lucrărilor 193; 5. *Matolcsy I.*: Acta pharm. hung. (1968), 38, 1, 23; 6. *Pellerin F., Gauthier J. A., Demay D.*: Ann. pharm. franç. (1966), 24, 11, 675; 7. *Pellerin F., Demay D., Mancheron D.*: ibidem (1967), 25, 9/10, 613; 8. *Pellerin F., Manheron D., Demay D.*: ibidem (1972), 30, 6, 429; 9. * * * Farmacopeea Română ed. IX. Ed. Medicală, Bucureşti, 1976; 10. * * * Hagers Handbuch de pharmazeutischen Praxis, VI. köt., Springer Verlag, Berlin—Heidelberg—New York, 1979.

A szerkesztőségbe érkezett: 1985. február 7.

A. Gyéresi, Klaudia Szánthó, L. Fülöp

DETERMINATION OF TOTAL ALKALOID AND ATROPINE CONTENTS FROM SCOPOLIAE RADIX AND SCOPOLIA EXTRACTS

During the investigations oriented towards a superior disposal of *Scopolia lurida* syn. *Anisodus luridus* (Solanaceae), the authors studied the methods applicable for assaying total alkaloids from the roots and extractive preparations, respectively.

For this purpose, they experimented a semimicrovolumetric method by titration in biphasic system. The titration was carried out with dioctyl sodium sulphosuccinate (DOSS), using solutions of 0.005 and 0.01 M, in biphasic system: chloroform — buffer solution with pH 2,2 (2 : 1), in the presence of the indicator mixture of dimethyl yellow — malachite green, chloroform solutions 0.1% (2 : 1).

The method is reproducible, and it can be applied with good results in the case of *Scopolia lurida* roots, as well as in extracts (tincture, soft extract).