

通幽乐冲剂中大黄素的含量测定

浙江省中药研究所(杭州310004) 王溶溶* 杨苏蓓 姜晓群 余 琪 李 榕

提要 本文采用薄层一分光光度法,对新药通幽乐冲剂中大黄素进行含量测定,结果测得大黄素的含量为0.3mg/g左右,平均回收率102.2%。

关键词 通幽乐; 大黄素。

通幽乐冲剂由何首乌、玄参、麦冬等药物组成,主要作用为滋肾通便,其中大黄素是何首乌中的有效成分之一。经实验,认为以大黄素作为通幽乐冲剂的含量测定指标和采用薄层色谱一分光光度法测定大黄素,方法简便易行。

仪器和药品

751G型可见—紫外分光光度计 上海分析仪器厂

大黄素对照品 中国药品生物制品检定所

通幽乐冲剂 本所自制

方法和结果

一、对照品溶液的制备

精密称取大黄素对照品,加甲醇稀释,制成每毫升含大黄素0.6mg的溶液,备用。

二、供试品溶液的制备

精密称取通幽乐冲剂6g,加硫酸液(2.5mol/L)40ml,回流3小时,冷却后,加入氯仿液回流30分钟,冷却,分出氯仿液,如此重复数次,至氯仿液基本无色,合并氯仿提取液,减压回收氯仿,将残渣转移至10ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,备用。

三、薄层层析条件选择和斑点单一性鉴定

取硅胶G薄板,将对照品溶液和供试品溶液分别点于薄板上,以石油醚(60~90℃)—正己烷—醋酸乙酯—甲酸(1:3:1.5:0.1)混合溶液112ml,加水1ml的上层液为展开剂^[1]展开,供试品溶液和对照品溶液在相同位置显黄色斑点, R_f 值约为0.46。如图1。

刮下已分离的 R_f 值约为0.46部分,用氯仿洗脱,再次点于薄层板上,以苯—醋酸—乙酯—甲醇—甲酸—水(30:10:10:0.5:5)为展开剂,展开,结果显单一斑点,以大黄素对照品作为对照,如图2。

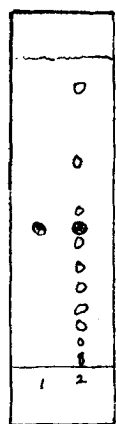


图 1

1. 大黄素对照品溶液



图 2

2. 供试品溶液

*王溶溶 1984年南京药学院毕业,现任浙江省中药研究所工程师,中药制剂专业。主要参加“通幽乐冲剂”的研制,曾参加“五痹冲剂”研制及“内蒙黄芪炮制工艺改革”等研究工作。

四、含量测定

标准曲线的绘制：精密吸取大黄素对照品溶液30、60、90、120、150 μl ，分别置于5 ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，照分光光度法(中国药典1990年版一部附录51页)，在435 nm波长处，测定吸收度，以吸收度为纵座标，浓度为横座标，绘制标准曲线，求得回归方程 $A = 0.01527 + 0.02427C$ ，相关系数 $r = 0.9991$ ，吸收度和浓度在大黄素点样量为20~100 μg 范围内呈线性关系。

测定法：将供试品溶液200 μl ，按楔形法条状点于薄层板上，以石油醚(60~90 $^{\circ}\text{C}$)—正己烷—醋酸乙酯—甲酸(1:3:1.5:0.1)混合溶液112ml，加水1 ml的上层液为展开剂，径向展开，如图3。将有大黄素条斑部分刮下，置具塞离心管中^[2]，加甲醇5 ml，于旋涡混合机上混合1分钟，离心沉降，吸取上清液，按标准曲线项下操作，测得吸收度，以同样面积的空白硅胶作空白对照，从标准曲线上读出供试品中含大黄素的量，计算结果见表1。

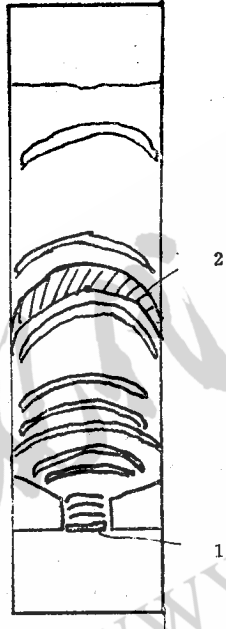


图 3

1. 点样处
2. 大黄素条斑

表 1 通幽乐冲剂中大黄素的含量

批号	X (mg/g)			$\bar{x}$ (mg/g)
	1	2	3	
900804	0.3417	0.3388	0.3402	0.3402
900805	0.3377	0.3337	0.3354	0.3354
900806	0.3248	0.3226	0.3241	0.3241

五、加样回收率试验

精密称取通幽乐冲剂6 g，精密加入大黄素对照品溶液3.0 ml，以下按含量测定方法操作。结果见表2。

表 2

次数	样品含 大黄素量 (mg)	加入对照 品量 (mg)	测得 大黄素量 (mg)	回收率 (%)
1	1.938	2.162	4.159	103.0
2	1.938	2.046	4.004	101.0
3	2.261	2.134	4.465	103.1
4	2.261	2.187	4.486	101.7

平均：102.2% CV=1.0%

讨 论

1. 在供试品溶液制备时，硫酸液回流应保持微沸，回收氯仿时必需将温度控制在70 $^{\circ}\text{C}$ 以下，否则会造成样品的焦化，影响含量。

2. 含量测定时供试液的点样量较大，须按楔形法条状点样，径向展开，若采用一般上行展开，分离效果不佳，本文所述方法，可取得较满意的效果。

参 考 文 献

- [1] 叶定江等：中药通报 1986；11(12):23~25
- [2] 葛建江等：中国药科大学学报 1987；18(2)；