

清宁丸中总蒽醌含量的测定

祝 明* 俞剑平 (浙江省药品检验所, 杭州 310004)

摘要 分光光度法测定清宁丸中总蒽醌含量, 以大黄素为参比物, 0.5% 醋酸镁甲醇液为显色剂, 测定波长为 513 nm; 线性范围: 0.0314~0.2188 mg/ml ($r = 0.9998$), 平均回收率 99.67% ($CV\% = 0.95, n = 6$); 并对不同的提取方法进行了比较。为清宁丸质量考核提供了一个准确、可行和实用的方法。

关键词 大黄 蒽醌 分光光度法

清宁丸是由大黄、绿豆等 14 味中药配伍组成的成方制剂, 收载于《中国药典》1990 版一部, 具有清热泻火, 通便功能。清宁丸的含量控制标准未见文

献报道。大黄是清宁丸的主药, 其主要成份为蒽醌衍生物, 大黄的含量直接影响清宁丸的质量。本文参考有关文献^[1~2], 建立了分光光度法测定清宁丸

祝明, 女, 35 岁, 1982 年毕业于浙江医科大学药学系, 主管药师。

中总蒽醌含量的方法, 结果满意。并讨论了五种提取方法对总蒽醌含量测定的影响。

实验部分

1 材料和仪器

清宁丸(浙江兰溪制药厂); 大黄素对照品(中国药品生物制品检定所); 所有试剂均为分析纯。7530紫外可见分光光度计(上海分析仪器厂)。

2 方法与结果

2.1 波长选择与稳定性试验:

分别取对照品液和供试品液适量, 蒸去氯仿, 加0.5%醋酸镁甲醇液 10 ml 显色, 绘制吸光度曲线, 对照品液和供试品液的最大吸收波长均为513 nm, 在1.5 h 内, 吸光度曲线保持稳定不变。

2.2 标准曲线的绘制:

经在513nm波长处, 测定吸光度。表明大黄素在 0.0314~0.2188 mg/ml 范围内, 吸光度A与浓度C之间呈线性关系, 得线性回归方程

$A = 0.0230 + 3.7997C \text{ (mg/ml)},$

$r = 0.9998 \tag{1}$

2.3 样品含量的测定:

按方程(1)式计算样品中总蒽醌的含量, 结果见表 1。

表 1 清宁丸中总蒽醌含量的测定结果

批 号	总蒽醌含量		平 均 值
	(%)		(%)
920124	1.50	1.53	1.52
921128	1.28	1.23	1.26
921212	1.34	1.32	1.33

2.4 空白试验结果空白样品在 513 nm 处无吸收。

2.5 重复性试验

取清宁丸同一批号的样品 5 份, 按供试品液的配制和含量测定项提取测定, 结果见表 2。

表 2 重复现性试验结果

编 号	1	2	3	4	5	平 均 值	变异系数(%)
总蒽醌含量(%)	1.54	1.52	1.48	1.50	1.54	1.52	1.72

2.6 回收率试验

准确称取大黄素对照品适量加入已知含量的清宁丸样品(0.05 g)中, 按上述方法提取和测定总蒽醌的含量, 计算出回收率, 结果见表 3。

表 3 回收率测定结果

已知样品含 量 (mg)	加入对照 品 量 (mg)	加入总量 (mg)	测 得 量 (mg)	回 收 率 (%)
0.806	0.69	1.496	1.482	99.06
0.856	0.67	1.526	1.507	98.75
0.786	0.61	1.396	1.394	99.86
0.828	0.67	1.498	1.513	101.03
0.886	0.62	1.506	1.488	98.83
0.806	0.70	1.506	1.513	100.50

蒽醌为2.7~3.3%, 与文献报道基本一致^[5]。并且空白样品在513 nm 波长处无吸收, 表明其它成份不干扰对总蒽醌的测定。选用的参比物为大黄素, 它是蒽醌甙元, 从回收率的结果不能反映样品中的蒽醌甙是否完全水解成甙元, 因此用五种不同提取方法, 来判断水解对测定结果的影响, 从结果看, 用2.5 mol/L H₂SO₄ 水解 4 h, 并用氯仿索氏提取, 已基本稳定, 表明本文选用的提取方法是合适的。

用分光光度法测定清宁丸中总蒽醌的含量, 平均回收率为99.67%, 变异系数 CV% = 0.95; 重复性试验的 CV% = 1.72。表明本方法准确、实用, 便于操作, 可用于控制清宁丸的质量。

回收率平均值: 99.67% 变异系数(%): 0.95

参 考 文 献

3 讨 论

本方法测定的样品结果折算成大黄所含的总蒽

1 王强, 杨英雄. 查草根中总蒽及大黄酚的含量测定. 中草药, 1990, 21(1): 12~13

- 2 于立佐, 金蓉鸾. 牛黄解毒片中苋醌 甙及大黄酸
的含量测定. 中成药, 1989, 11(11): 13
- 3 王强, 丛晓东. 中药分析(下册). 南京: 南京 中
国药学科大出版社, 1993: 35
- 4 徐凯, 陆义诚, 孙孝祥. 复方中药《抗衰灵》中 三

- 种主要成份 HPLC 法含量测定研究. 中国医院药
学杂志, 1989, 9(11): 544
- 5 江苏新医学院. 中药大辞典(下册). 上海: 上海
人民出版社, 1977: 104

收稿日期: 1993—07—30

Determination of Anthraquinone in Qingningwan

Zhu Ming, Yu Jianping

(Zhejiang Institute for Drug Control, Hangzhou 310004)

Abstract An accurate method for measuring anthraquinone in Qingningwan was developed by spectrometry with emodin as an external standard. The wavelength was 513 nm. Calibration curve was linear in the range of 0.0314–0.2188 mg/ml ($r=0.9998$) and average recovery was 99.67%. Coefficient of variation was 0.95% ($n=6$). The anthraquinone contents in several Qingningwan samples were determined.

Key words Qingningwan Anthraquinone Spectrometry