

速效止血栓剂含量测定的研究

李洪玉 荆文涛¹ 孙静芸(杭州 310007 浙江省中医药研究院;¹ 浙江医科大学测试中心)

速效止血栓剂是以大黄为主要原料的中药制剂。性寒,味苦。能泻热通肠,凉血解毒,活血逐瘀。主治痔疮出血,实热便秘等。处方中君药大黄为蓼科植物掌叶大黄(*Rheum Palmatum* L.)、唐古特大黄(*Rheum Tanguticum* Maxim. ex Balf.)或药用大黄(*Rheum Officinale* Baill.)的干燥根及根茎,其主要有效成分是蒽醌类化合物。为确保该栓剂的质量,我们采用分光光度法,参考有关文献^[1,2],测定栓剂中总蒽醌的含量,方法简便可靠。

1 材料与仪器

1.1 材料:速效止血栓(本院附属医院制剂),大黄素(中国药品生物制品检定所),醋酸镁、乙醚、甲醇等均

为分析纯。

1.2 仪器:日立 U-2000。

2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备

取 5 粒速效止血栓剪碎混匀,精密称取 1g,加入 1g 硅藻土研匀,转入具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,称重,超声提取 1h,补充损失甲醇量,用干燥滤纸过滤,弃去初滤液,精密吸取续滤液 2ml,放入 20ml 具塞试管中,挥干甲醇,残渣加水 1ml,30% 过氧化氢 1ml,浓盐酸 0.2ml,置沸水浴中加热 30min,立即用流水冷却,移入分液漏斗中用乙醚萃取至水层无色,合并醚液,用水洗至中性,将醚层液移至蒸发皿中,挥干溶剂,残渣加

0.5%醋酸镁甲醇液溶解,移入 10ml 容量瓶中定容备用。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取大黄素对照品 0.0050g,放置于 50ml 容量瓶中,加 0.5%醋酸镁甲醇液定容。

2.3 空白对照溶液的制备

按处方组成份量,取除大黄以外的其余药味,按工艺要求制成不含大黄的空白模拟速效止血栓,按供试品溶液制备项下的方法操作,得空白对照溶液。

2.4 测定波长的选择

对上述制备液,在相同条件下,在 200 ~ 600nm 波长范围内进行扫描,测定结果表明大黄素和对照品在 510nm 处有最大吸收,空白对照液在此波长处吸收值近似为零。因此选择 510nm 波长为测定波长。

2.5 线性关系考察

分取上述对照品溶液 0.5,1.0,1.5,2.0,2.5,3.0 ml 于 10ml 容量瓶用 0.5%醋酸镁甲醇液定容。于 510nm 处测定吸收度,由浓度与吸收值计算回归方程为: $Y = 33.07x + 0.032, r = 0.9996$ 。

2.6 稳定性试验

对同一供试液分别以不同时间测定吸收值,试验结果日内吸收值每隔 1h 测定一次,测得吸收值 $RSD = 0.37\% (n = 6)$,日间吸收值每日测定一次,测得吸收值 $RSD = 0.75\% (n = 6)$ 。

2.7 重复性试验

对同一供试品进行重复多次测定,吸收值 $RSD = 2.39\% (n = 6)$ 。

2.8 样品测定

取上述供试品溶液,于 510nm 处测定各供试品的吸收值,按回归方程计算各自的含量,测得样品中总蒽醌含量 5 次平均值为 0.42%, RSD 为 2.35%。

2.9 回收率测定

取一定量大黄素加入供试品中,按“供试品溶液制

备”和“样品测定”项下操作,由测得量计算回收率,试验结果平均回收率为 96.17%, RSD 为 1.65%,见附表。

附表 回收率试验结果

原有量(mg)	加入量(mg)	实测值(mg)	回收率(%)
2.24	2.15	4.329	97.16
2.22	2.11	4.206	94.12
2.08	1.91	3.945	97.64
1.96	2.29	4.153	95.76

2.10 方法考察

2.10.1 提取溶剂和提取方法的选择:以甲醇及乙醇为溶剂,分别冷浸 14h,索氏提取 6h 和超声提取 1h。实验结果表明,用甲醇为溶剂比乙醇提取完全。冷浸、索氏提取和超声提取效果相似,超声提取操作简便。

2.10.2 萃取溶剂的选择:用乙醚和氯仿为溶剂分别进行萃取。实验结果表明,乙醚较氯仿萃取效果好,同时沸点低易挥发。

3 讨论

3.1 采用分光光度法进行总蒽醌测定,结果表明使用本法测定速效止血栓中总蒽醌含量准确可靠,方法简便,不受栓剂其它成分的干扰。可以作为速效止血栓质控标准之一。

3.2 由于原料大黄中游离蒽醌含量相差较大,数值不稳定^[1,2],故本实验以测定总蒽醌作为栓剂的质控指标。

参考文献

- 1 连珊枝,马长华,刘丹凤,等.导赤丸质量控制方法的研究.中成药,1989,11(11):10.
- 2 李国权,甄汉深,陈香露.白片中陈皮甙和总蒽醌含量测定研究.中草药,1994,25(7):359.