

· 药物分析 ·

三种方法测定逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分的含量

陈 军, 方 芸, 刁雨辉, 周菊萍(南京大学医学院附属鼓楼医院临床药学药检室, 江苏 南京 210008)

摘要 目的:建立测定逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分含量的最优方法。**方法:**同时应用经典的混合碱比色法、醋酸镁比色法和作者新发现的直接测定法测定逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分的含量。**结果:**3 种方法的加样回收率分别为 $(99.98 \pm 2.21)\%$ 、 $(102.56 \pm 1.36)\%$ 、 $(98.13 \pm 0.74)\%$,但直接测定法更为简单快捷,而且不存在稳定性差的问题。**结论:**3 种不同方法都能用于逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分的含量测定。但相比之下本文所建立的直接测定法更为简便实用。

关键词 蒽醌;比色法;分光光度法

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)05-0289-03

Determination of anthraquinones in Zhuyufuzheng capsules by three methods

CHEN Jun, FANG Yun, DIAO Yu-hui, ZHOU Ju-ping (Department of Pharmacy, Affiliated Drum Tower Hospital of Nanjing University, Nanjing 210008, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the best method to determinate the quantity of anthraquinones in Zhuyufuzheng capsules. **METHODS:** Anthraquinones in Zhuyufuzheng capsules was determined by three methods. **RESULTS:** The average recoveries of two colorimetries and the new method were $(99.98 \pm 2.21)\%$ 、 $(102.56 \pm 1.36)\%$ 、 $(98.13 \pm 0.74)\%$ respectively. However, the new method was simpler, quicker and more reproducible than any other one. By this method, the problem of stability did not exist. **CONCLUSION:** All three methods can be used to determinate the quantity of anthraquinones in Zhuyufuzheng capsules. And the best method of three is the new one we established.

KEY WORDS anthraquinones; colorimetry; spectrophotometry

逐瘀扶正胶囊是我院研制的中药复方制剂,主要成分为大黄、蜈蚣等,临床上主要用于治疗慢性肾功能衰竭疗效较好。方中大黄是君药,其治疗慢性肾功能衰竭的功效已得到公认^[1]。大黄中的蒽醌类成分能抑制肾小球系膜细胞的异常增生,减缓残余肾组织肾小球硬化过程,从而改善慢性肾功能不全^[2]。因此,在制定逐瘀扶正胶囊的质量标准时必然要求测定制剂中蒽醌类成分的含量。

经典的测定蒽醌类成分含量的分光光度法有 2 种,分别是利用 5% NaOH-2% NH₄OH(1:1)混合碱^[3]和 1% 醋酸镁甲醇^[4]显色剂与羟基蒽醌类化合物生成红色产物的反应,采用比色法测定。此外,我们在研究中还发现可以不经比色直接测定,此方法尚未见文献报道。为了建立可用于逐瘀扶正胶囊含量测定的最优方法,我们分别采用上述 3 种方法(混合碱比色法、醋酸镁比色法以及直接测定法,以

下分别简称为 A、B、C 法)测定了逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分的含量,并对结果进行了比较。

1 材料与仪器

逐瘀扶正胶囊(本院制剂室生产),1,8-二羟基蒽醌(南京中医药大学植物化学教研室)。UV-2201 型紫外可见分光光度计(日本岛津),AG-204 型电子分析天平(上海梅特勒-托利多公司)。

2 实验方法

2.1 蒽醌类成分的提取 提取条件参照文献^[5,6]报道的方法制定。取逐瘀扶正胶囊 10 粒,将内容物混匀,取约 0.1g,精密称定,置圆底烧瓶中,加入 20% H₂SO₄ 5mL,室温振荡 5min,加入 20% H₂SO₄ 10mL(沿烧瓶壁加入,将瓶壁上粘附的粉末冲下)、氯仿 50mL 及少许沸石,水浴(80℃)加热回流 2h,放冷至室温,抽滤,用 10mL 氯仿荡洗烧瓶并滤过,合并滤液,置分液漏斗中分取氯仿层,上层酸溶液再

用氯仿萃取3次,每次10mL。合并氯仿提取液,置100mL容量瓶中,氯仿稀释至刻度,摇匀,即得蒽醌类成分提取液。

2.2 对照品溶液的制备 取105℃干燥至恒重的1,8-二羟基蒽醌对照品约25mg,精密称定,置250mL容量瓶中,用氯仿溶解并稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液I(98.80 μ g/mL)。精密吸取此对照品溶液20mL,置50mL容量瓶中,氯仿稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液II(39.52 μ g/mL)。精密吸取对照品溶液I(98.80 μ g/mL)10mL,置100mL容量瓶中,氯仿稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液III(9.98 μ g/mL)。

2.3 最大吸收波长的确定 取样品提取液5mL,用5%NaOH-2%NH₄OH(1:1)混合碱反复萃取蒽醌至碱液无色,作为空白液。

分别取对照品溶液II(39.52 μ g/mL)3mL、样品提取液5mL以及空白液5mL,水浴上挥干氯仿,加入10mL5%NaOH-2%NH₄OH(1:1)混合碱(A法)或1%醋酸镁甲醇溶液(B法),混匀。以显色剂为空白,在250~600nm范围内扫描,结果见图1(A法)和图2(B法),可见对照品液和样品液均在510nm处有最大吸收,而空白液在此波长处对含量测定没有干扰。

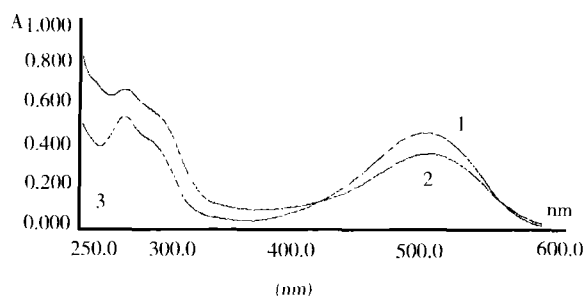


图1 A法中最大吸收波长的确定

1-对照品;2-样品;3-空白

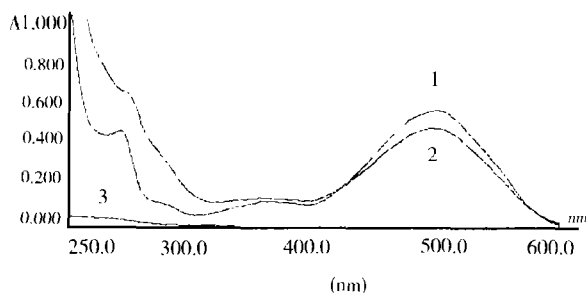


图2 B法中最大吸收波长的确定

1-对照品;2-样品;3-空白

分别取对照品溶液II(39.52 μ g/mL)3mL、样品提取液5mL以及空白液5mL,置于10mL容量瓶中,

氯仿定容至刻度,摇匀。以氯仿为空白,在250~600nm范围内扫描,结果见图3(C法),可见对照品和样品液均在433nm处有最大吸收,而空白液在此波长处对含量测定几乎没有干扰。

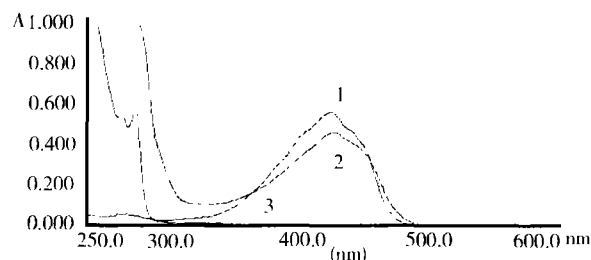


图3 C法中最大吸收波长的确定

1-对照品;2-样品;3-空白

2.4 标准曲线的制备 分别精密吸取对照品溶液III(9.98 μ g/mL)2.5、5.0、7.5、10.0、15.0、20.0mL置于干燥烧杯中,水浴上挥干氯仿,放冷至室温,精密加入5%NaOH-2%NH₄OH(1:1)混合碱(A法)或1%醋酸镁甲醇溶液(B法)10mL,混匀,以显色剂为空白,在510nm处测定吸收度(A法需放置1h后测定)。将测得的数据进行一元线性回归,得标准曲线为 $A = 0.0414C + 0.0020$, $r = 0.9999$ (A法); $A = 0.0443C - 0.0135$, $r = 0.9994$ (B法)。

分别精密吸取对照品溶液II(39.52 μ g/mL)0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、5.0mL置于10mL容量瓶中,氯仿定容至刻度,摇匀。以氯仿为空白,在433nm处测定吸收度。将测得的数据进行一元线性回归,得标准曲线为 $A = 0.0473C + 0.0049$, $r = 0.9999$ (C法)。

2.5 加样回收率试验 精密吸取对照品溶液I(98.80 μ g/mL)20mL,置圆底烧瓶中,水浴上挥干氯仿,放冷至室温,以下按2.1项下操作。精密吸取提取液2mL,按2.4项下操作测定吸收度并计算回收率。

2.6 重复性试验 取同一批逐瘀扶正胶囊内容物粉末5份,按2.1项下操作制备提取液。精密吸取提取液5mL,按2.4项下操作测定吸收度并计算含量和RSD值。

2.7 精密度试验 5次精密吸取同一提取液5mL,按2.4项下操作测定吸收度并计算RSD值。

2.8 稳定性试验 取标准品溶液III(9.98 μ g/mL)和提取液各5mL,按2.4项下操作分别于0、1、2、3、4、24、48h测定吸收度,考察稳定性。

3 实验结果

3.1 加样回收率 3种方法的加样回收率结果见

表 1。可见 3 种方法的回收率均比较理想,其中 A 法的回收率最好,C 法次之。

表 1 回收率实验结果($n=5$)

方法	回收率(%)				\bar{x} (%)		RSD(%)
A	96.92	100.78	100.66	98.80	102.76	99.98	2.21
B	101.23	102.61	102.09	102.00	104.89	102.56	1.36
C	97.03	98.72	98.16	98.85	97.90	98.13	0.74

3.2 重复性 3 种方法重复性实验结果见表 2。可见 C 法的重复性最好,A 法和 B 法重复性相当。此外,B 法测得的含量值明显比 A、C 法高。

表 2 重复性实验结果($n=5$)

方法	蒽醌含量均值(%)	RSD(%)
A	1.95	2.86
B	2.16	1.78
C	1.91	1.20

3.3 精密度 A、B、C 3 种方法的精密度分别为 0.74%、0.89%、0.45%。

3.4 稳定性 A 法在比色后 1~2h 内稳定,B 法在比色后 0~2h 内稳定,C 法基本上不存在稳定性问题,48h 内的吸收度均保持稳定。

4 讨论

有报道^[7]比较了 2 种比色法测定大黄中蒽醌类成分含量的结果,结果发现 B 法测得的含量为(2.60±0.07)%,而 A 法为(2.31±0.17)%,前者明显高于后者。本文的实验结果与这一报道基本相符。这一现象可能与 B 法的回收率偏高有关。

大黄蒽醌类成分的总量测定目前仍普遍采用经典的比色方法,但比色法由于操作较为繁琐,影响测定结果的人为因素较多,造成精密度和重复性不太

理想。更重要的是两种比色法的稳定性不佳,给实验操作带来诸多不便。因此,有人^[6]采用 HPLC 法分别测定 5 种蒽醌类单一成分的含量并计算总和来测定蒽醌类成分的总量,虽然可以解决上述问题,但需要同时应用 5 种标准品且工作量成倍增加,难以得到推广应用。本文实验结果证明,作者首次发现的直接测定法和比色法一样可用于测定逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分含量,而且与比色法相比具有以下优点:①省去了比色操作,更为简便快捷。②不存在比色法所存在的稳定性差的问题。③重复性和精密度优于比色法。直接测定法不仅可用于逐瘀扶正胶囊的含量测定,而且对于其它含有大黄的中药制剂的定量分析亦具有良好的方法学意义。

参考文献:

- [1] 张旭红,梅贤良. 大黄治疗慢性肾功能衰竭临床应用近况[J]. 时珍国医国药,2001,12(3):275.
- [2] 蒋工伟,陈香美,黎磊石. 大黄对体外肾小球系膜细胞生长的影响[J]. 中华肾脏病学杂志,1990,6(3):133.
- [3] 王跃生,陈馥馨,刘雪峰,等. 十种煎煮方法对大黄煎液中有有效成分含量的影响[J]. 中成药,1990,12(9):5.
- [4] 蒋孟良. 大黄总蒽醌含量测定方法的研究[J]. 湖南中医学院学报,1995,15(3):44.
- [5] 徐彦贵,何振海,高仲阳,等. 大黄滴眼剂的研制[J]. 中国药师,2001,4(2):92.
- [6] 魏俊峰,王乃婕,伍孝先,等. 测定大黄蒽醌类成分样品制备方法的研究[J]. 中草药,2001,32(11):993.
- [7] 郭澄,张纯,邵元福. 大黄蒽醌类成分含量测定方法的探讨[J]. 时珍国药研究,1998,9(3):223.

收稿日期:2003-05-26

旋光法测定盐酸左氧氟沙星片的含量

齐菲(中国人民解放军第 406 医院,大连 旅顺 116041)

摘要 目的:对盐酸左氧氟沙星片剂的含量测定方法进行研究。方法:用旋光法测定盐酸左氧氟沙星片剂的含量,并将测定结果与紫外分光光度法比较。结果:在 2.5~15mg/mL 范围内,旋光度与浓度呈线性关系, $r=0.99996$,方法平均回收率为 99.89%, $RSD=0.92\%$ ($n=5$),与分光光度法相符。结论:本法简便快速准确,适于医院制剂的快速检验。

关键词 旋光法;盐酸左氧氟沙星片;含量测定

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)05-0291-02

1 材料与试剂

自动指示旋光仪(上海物理光学仪器厂);53W

分光光度计(上海分析仪器厂);盐酸左氧氟沙星片(浙江新昌制药厂,规格:100mg)