

清宁茶中总蒽醌的含量测定^{*}

★ 石美琴 许彦 (江苏省南通市中医院 南通 226001)

摘要:目的:建立清宁茶中定量研究的方法,作为其质量控制标准。方法:采用分光光度法对清宁茶中总蒽醌化合物进行测定。结果:波长 518 nm,浓度在 0.008~0.04 mg/mL 范围内呈线性关系,清宁茶中总蒽醌含量平均值为 0.965%,RSD 为 0.98%。结论:分光光度法简便可靠,重现性好,可用于本品的含量测定及质量控制。

关键词:清宁茶;1,8-二羟基蒽醌;分光光度法;含量

中图分类号:TQ 460.7 **文献标识码:**B

清宁茶是我院副主任医师陈克敏的经验方,由大黄、决明子、麦冬组成,清热滋阴、润燥通便,攻邪而不伤正。临床用于治疗便秘、高脂血症、面部色素斑、痤疮等症。具有增强人体免疫力,有效促进毒素排泄,防止动脉粥样硬化、心脑血管病变及美容作用,临床效果显著。方中大黄、决明子均含多种蒽醌类成分。本文用总蒽醌的含量作为控制该制剂的质量指标之一。

1 材料

751GW 型分光光度计(上海分析仪器厂);清宁茶(自制,批号:060120);1,8-二羟基蒽醌(中国药品生物制品检定所);2% 氨溶液的配制:取浓氨溶液 20 mL,加蒸馏水使成 1 000 mL。5% NaOH 溶液的配制:称取 NaOH 5 g,加水适量振摇,使溶解成饱和溶液,冷却后置聚乙烯塑料瓶中加蒸馏水使成 100 mL。

2 方法与结果

2.1 标准曲线的制备 精密称取 105℃ 干燥至恒重的 1,8-二羟基蒽醌 40 mg 置 50 mL 量瓶内,加氯仿溶解并稀释至刻度,摇匀。精密吸取此溶液 3 mL,置 10 mL 量瓶内,水浴蒸去氯仿,加混合碱溶解并稀释至刻度,摇匀备用。精密吸取该标准溶液 1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 分别置于 10 mL 量瓶内,水浴蒸去氯仿,用混合碱液为空白,用 751 分光光度计于波长 518 nm 处测定吸收度。结果表明,其浓度在 0.008~0.04 mg/mL 范围内呈线性关系,回归方程: $A = 22.59C + 0.0046$, $r = 1.000$ 。

2.2 供试液制备 取清宁茶样品 1.0 g,精密称定,置 500 mL 烧瓶中,加 2.5 mL/L 硫酸溶液 50 mL,水浴回流 1 小时,放冷,加氯仿 80 mL 水浴回流 2 小时,放冷,滤过,滤液置分液漏斗内,加氯仿少许洗涤

烧瓶及滤纸,洗液与滤液合并,分层后弃去酸水层,氯仿层用水 10 mL 洗 1 次,用混合碱(5% NaOH:2% $\text{NH}_4\text{OH} = 1:1$)反复萃取至碱液层无色,将萃取液合并于 100 mL 量瓶内,并用混合碱液稀释至刻度,摇匀,取 2 mL 于 10 mL 量瓶内,用混合碱液稀释至刻度,30 分钟后,以混合碱液为空白,在 518 nm 处比色,摇匀,作为供试品溶液。

2.3 稳定性实验 取 1,8-二羟基蒽醌对照液和本品供试液,以混合碱液为空白,每隔 30 分钟测定一次吸收度,结果 2 小时内其吸收度无变化。

2.4 总蒽醌的含量测定 精密称取清宁茶样品 5 份(每份约 1.0 g),制成供试品溶液,在 518 nm 波长用混合碱液为空白测定其吸收度见表 1。

表 1 样品总蒽醌含量测定结果

编号	样品/g	总蒽醌测得量/g	含量(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	1.041 6	0.010 07	0.967	0.965	0.98
2	1.052 3	0.010 15	0.965		
3	1.023 5	0.009 95	0.972		
4	1.011 0	0.009 70	0.959		
5	1.022 0	0.009 85	0.964		

2.5 加样回收率实验 精密称取清宁茶样品 2 份,每份约 0.5 g,为一组,于其中一份中精密加入 4 mL 1,8-二羟基蒽醌氯仿液(标准配制液),按供试液和含量测定的方法操作,共测 5 组,结果平均回收率为 95.2%,RSD 为 0.778%。

3 结论

清宁茶中含有大黄、决明子,两者均含总蒽醌成分,大黄为常用药材,成方制剂中较常见,而决明子在成方制剂中定量指标较少见,采用分光光度法测定,结果表明,该方法简便、准确、灵敏度高、重现性好,可作为该制剂的质量控制标准。

(收稿日期:2006-04-21)

* 南通市社会发展科技计划项目