

化积膜中大黄酸的含量测定

何 薇, 曾祖平, 穆树仁(北京市中医研究所, 北京 100010)

提要: 以薄层扫描法测定了化积膜中大黄酸的含量, 方法简便, 可靠。平均回收率为 97.59%, $RSD=2.32\%$ 。

中图分类号: R284.2 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)05-0016-02

化积膜由大黄、黄柏、当归、秦艽、穿山甲等 16 味中药组成, 为北京中医医院儿科传统制剂化痞膏剂改而成, 具有消食导滞之功效。大黄酸为方中主药大黄所含有效成分。我们采用双波长锯齿扫描法对化积膜中大黄酸进行了含量测定, 得到了满意结果。

1 仪器与试剂

岛津 CS-9000 薄层扫描仪; 929 型薄层制板器(重庆贝可得公司); 微量点样毛细管。化积膜(自制, 批号: 981014, 981106, 981122); 大黄酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 9301); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 分析条件

2.1.1 薄层色谱条件^[1] 自制含 0.5% 羧甲基纤维素钠硅胶 G 薄层板, 板厚 0.3mm, 规格 20×15cm, 室温晾干, 110℃活化 30min; 展开剂: 环己烷-醋酸乙酯-甲酸(15:5:0.5); 层析温度: 20~30℃, 湿度: <50%。

2.1.2 薄层扫描条件 双波长锯齿扫描。经对层析后的斑点进行光谱扫描, 选定测定波长为 430nm, 参比波长为 550nm; 零点校正为 B、C。

2.2 标准曲线制定 精密称取大黄酸对照品 1.3mg 于 25ml 容量瓶中, 加甲醇适量, 超声处理使溶解, 定容至刻度, 摇匀, 得 0.052mg/ml 的标准溶液。精密吸取标准溶

液 2、4、6、8、10 μ l, 于同一薄层板上, 按上述条件测定。以点样量与峰面积积分值作回归方程 $Y=121875.61x+5427.91$, $r=0.9997$, 线性范围为 0.104~0.520 μ g。

2.3 稳定性试验 对展开后样品中大黄酸斑点每隔 30min 扫描一次, 结果样品在 3h 内是稳定的, $RSD=0.69\%$ 。

2.4 精密度试验 吸取相同浓度的对照品溶液点于同一薄层板中, 按上述条件展开, 扫描测定, 均值为 25179.12, 计算 $RSD=1.17\%$ 。将对照品溶液的同一种浓度点于不同的薄层板上, 按上述条件展开、扫描测定, 均值为 28065.21, 计算 $RSD=1.70\%$ 。

2.5 重复性试验 按实验方法对同一批号的样品平行测定 5 次, 得平均值为 0.0116mg/g。计算 $RSD=0.33\%$ ($n=5$)。

2.6 空白试验 取除去大黄的其它药味, 按工艺制成空白对照药, 再按样品测定的方法提取, 层析, 扫描测定, 结果空白对大黄酸的测定无干扰。

2.7 样品的含量测定^[2,3] 精密称取涂膜剂药液约 10g, 涂于玻璃板上, 成膜后揭下, 剪成碎块, 加甲醇浸泡过夜, 超声处理 3 次(100, 100, 50ml) 15min/次, 合并提取液, 回收甲醇至干, 残渣加水 15ml 溶解, 加盐酸 1ml, 于 60℃水浴水解 60min, 取出后立即冷却。移至分液漏斗中, 氯仿萃取 4 次(30, 30, 30, 15ml), 合并氯仿提取液, 蒸干, 残渣以氯仿定容于 5ml 量瓶中, 摇均为供试品。吸取样品液 10 μ l, 对照品溶液 2、8 μ l, 交叉点于同

一硅胶 G 板上, 依法测定, 以外标二点法计算含量, 见下表。

批号	981014	981106	981122
含量($\mu\text{g}/\text{g}$)	8.9960	14.7194	10.5722

2.8 加样回收率试验 取已知含量的同一批次的样品 5 份, 精密加入大黄酸对照品溶液 1ml(1.3mg \rightarrow 25ml)。照样品测定项下方法操作, 测定含量, 计算回收率, 见下表。

样品中含量 (μg)	对照品加入 量(μg)	实测量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
74.1232	52.0000	51.6214	99.27	
71.0894	52.0000	49.4539	95.10	97.59
85.8708	52.0000	49.4690	95.13	<i>RSD</i> = 2.32%
79.0752	52.0000	51.5937	99.22	
80.5381	52.0000	51.6108	99.25	

3 讨论

3.1 应严格控制水解温度, 它是能否水解完成的重要因素。

3.2 曾使用 95 版药典中大黄鉴别项下的展开剂, 但效果不佳, 将其中的苯改为环己烷

后, 层析效果很好, 大黄中五个主要成分分离效果最佳。本展开剂在使用时, 环境湿度最好在 50% 以下。

3.3 实验对提取方法进行过考察, 取药液直接用醋酸乙酯、氯仿、乙醚等萃取, 大黄酸的提取量均没有将药液成膜后以甲醇提取的多。可能是由于制剂中加入成膜材料后, 药液太粘的原故。而增加了水解步骤, 可以减少取药量; 经过第四次提取液的测定证明, 提取三次即可将大黄素提取完全。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典[M]. 一部. 广州: 广东科学技术出版社, 北京: 化学工业出版社, 1995. 304.
- [2] 谢志慧、付文淑、梁炳圻, 等. 大黄提取物中蒽类化合物含量的双波长薄层扫描测定[J]. 现代应用药学. 1989, 6(6): 48.
- [3] 刘玉珍、钱木余、弥升堂, 等. 脂可清胶囊中有效成分测定[J]. 中成药, 1991, 13(7): 16.