

紫外可见分光光度法 测定三种不同虎杖渗漉液中大黄素含量

王京霞

(浙江省中医院中药制剂室, 杭州市邮电路 54 号 310006)

摘要 本文应用 TU-1901 双光束紫外可见分光光度计测定三种不同虎杖渗漉液中大黄素含量, 方法简单、快速、灵敏度高、选择性好。

关键词 虎杖; 大黄素; 分光光度法

虎杖为蓼科植物, 其干燥根茎和根可制成药物。具有祛风利湿, 散瘀定痛, 止咳化痰的功效。用于治疗关节痹痛, 湿热黄疸, 经闭, 痘痕, 水火烫伤, 跌打损伤, 痛肿疮毒, 咳嗽痰多等病症。虎杖中含蒽醌类化合物, 分别用 50% 乙醇、60% 乙醇、70% 乙醇渗漉提取得三种不同浓度的乙醇渗漉液。用北京普析通用仪器有限公司制造的产品 TU-1901 双光束紫外可见分光光度计在 520nm 处测吸光度, 计算得总蒽醌含量。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司), KQ3200 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司), 试剂均为分析纯。

大黄素对照品液的制备: 取大黄素对照品约 10mg(精密称定), 置 100mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摆匀, 即得每 1mL 中含 0.1mg 大黄素对照品液。

2% 氨溶液配制: 取浓氨溶液 20mL, 加蒸馏水使成 1000mL 即得。

5% NaOH 溶液配制: 称取 NaOH 5g, 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 100mL。

1.2 虎杖乙醇渗漉液制备

取虎杖, 粉碎过 20 目筛, 分成三等份, 分别加入 50%、60%、70% 乙醇渗漉提取, 收集渗漉液, 并过滤, 回收乙醇, 调整乙醇体积得每 1mL 中含 0.1g 样品渗漉液。

1.3 试验方法

取渗漉液 2mL 于 105℃ 干燥至恒重, 精密称定, 置 100mL 量瓶中, 加甲醇约 90mL, 超声处理(功率 250W, 频率 30KHz) 30min, 放冷, 加甲醇至刻度, 摆匀, 滤过, 精密量取续滤液 10mL, 置 100mL 圆底烧瓶中, 挥去甲醇, 加 2.5mol/L 硫酸溶液 20mL, 加热回流 1h, 稍冷, 加氯仿约 30mL, 继续回流 2h, 冷却, 移置分液漏斗中, 用少量氯仿洗涤容器, 洗液并入分液漏斗中, 分取氯仿层置 50.0mL 量瓶中, 酸液用氯仿提取 2 次, 每次约 8mL, 氯仿液并入 50.0mL 量瓶中加氯仿至刻度, 摆匀即得样品溶液。精密量取对照品液 2.0mL 和 3.0mL, 挥去甲醇, 另精密量取样品溶液 10.0mL, 蒸干, 残渣分别加入 2% 氨溶液与 5% NaOH 溶液的等量混合溶液 20mL 使溶解, 用三号垂熔漏斗滤过, 取续滤液以试剂为空白, 用分光光度法(中国药典 2000 年版附录 VB)^[1] 在 520nm 波长处分别测定吸光度, 计算即得虎杖渗漉液中大黄素(以蒽醌量计)的含量。

2 结果与讨论

2.1 方法精密度

精密量取对照品液 2.0mL, 按 1.3 试验方法重复测定吸光度 5 次, 其 RSD=1.05%, 表现了良好的重现性。

2.2 回收率实验

加样回收率测定结果, 大黄素回收率为 97.2%, RSD 为 2.87% (n=5)。

2.3 样品测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果

样品名称	大黄素含量(%)
50%乙醇溶液	1.47
60%乙醇溶液	1.55
70%乙醇溶液	1.58

3 结论

从以上结果看, 其精密度和方法回收率都良好。实验证明 TU-1901 双光束紫外可见分光光度计的测试数据精密度好, 操作性能稳定可靠。

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国药典 2000 年版一部〔虎杖项下含量测定方法〕, 国家药典委员会编, 化学工业出版社。