

紫外分光光度法测定中成药中重金属的含量

天津达仁堂制药厂(300142) 何跃华* 杜海燕 马志鹏** 徐晓阳
金兆祥 杜克文 于春荣

摘要 探索了用紫外分光光度法对中成药中重金属进行含量测定。方法简单、可靠。平均回收率为97.2%, RSD=1.48%, 检测浓度在0~50 μg , 线性良好。

关键词 中成药 重金属 紫外分光光度法

重金属系指在实验条件下, 药品中存在的能与硫代乙酰胺或硫化钠作用呈色的金属杂质^[1]。重金属在人体内的大量蓄积会造成贫血、震颤性麻痹等^[2], 因此国际医学界对药品中重金属含量要求越来越严格, 最大含量为百万分之30。因此, 严格控制中成药中重金属的含量已成为中药走向世界的一个亟待解决的问题。

文献报道重金属检测方法有比色法^[1]、原子吸收分光光度法^[3]、络合滴定法^[4]、离子选择电极法^[5]等, 均不能满足中成药生产中实际检测需要。我们参考国外有关资料^[6], 探索了用紫外分光光度法测定中成药中重金属的含量。

1 仪器与试剂

日本岛津UV-2100紫外分光光度计, 水为去离子水, 所用试剂均为分析纯, 样品: 清宫寿桃丸, 天津达仁堂制药厂生产。

2 实验方法与结果

2.1 试剂的制备: 硫化钠溶液: 取硫化钠5 g, 加水10 mL, 再加甘油30 mL, 溶解即得。于棕色容量瓶内保存。王水临用前配制。

标准铅溶液: 取硝酸铅0.1598 g, 置1 000 mL量瓶中, 加稀硝酸10 mL溶解后, 加水至刻度, 混匀得贮备液。临用前取贮备液10 mL, 加水稀释至100 mL, 混匀得标准铅

溶液(每1 mL相当于10 μg 的铅)。

其他试剂的配制均参考中华人民共和国药典。

2.2 标准曲线的绘制: 取6支50 mL容量瓶, 分别加入标准铅溶液0~5 mL, 备用。取空坩锅6支, 550 $^{\circ}\text{C}$ 灰化2 h, 冷却后每只加王水1 mL, 水浴蒸干, 各加3滴盐酸及10 mL沸水, 水浴加热2 min, 冷却后加酚酞指示剂1滴, 用氨试液调至微红色, 加稀醋酸2 mL, 以氨试液及稀盐酸调pH 3.0~3.5, 过滤至已备好的6支50 mL容量瓶中, 水洗坩锅及漏斗数次, 加入容量瓶中, 加水定容至50 mL, 在上述6支容量瓶内分别加入40 μL 硫化钠溶液, 摇匀后静置5 min, 在400 nm处依次测定吸收度, 数据经回归处理, 所得回归方程为: $Y=2.36X+0.078$, $r=0.9995$, 检测浓度在0~50 μg 范围内线性关系良好。

2.3 样品含量测定: 取样品, 剪碎, 精称1 g, 置坩锅内, 炭化30 min, 550 $^{\circ}\text{C}$ 灰化2 h, 冷却后依标准曲线制备方法至调pH 3.0~3.5, 过滤至50 mL量瓶中, 加水稀释定容至刻度, 加40 μL 硫化钠溶液, 摇匀, 静置5 min, 在400 nm测定吸收度, 结果如表1。

2.4 回收率试验: 取同一批样品, 剪碎, 精称5份, 每份0.5 g, 炭化30 min后, 550 $^{\circ}\text{C}$ 灰化2 h, 冷却后向坩锅内各加1 mL标准铅溶液,

* Address: He Yuehua, Tianjin Darentang Pharmaceutical Factory, Tianjin

何跃华 1984年毕业于中药学校, 1989年南开大学夜大学专科毕业, 工程师。主要从事中草药、中成药有效成分分析及新产品的研制开发。研制开发的三类新药“玉母荣心丸”获国家新药证书及生产批准文号, 并多次承担我厂新产品的质量标准制定工作, 曾在《中草药》及《光谱学与光谱分析》中发表过文章。

** 天津中医学院 91级实习生

加王水 1 mL,水浴蒸干,以下操作同样品含量测定,其结果平均回收率为 97.204%,RSD=1.48%。

表 1 样品含量测定结果

样 品	样重(g)			A			含量均值(μg/g)
960223	0.9997	1.0001	1.0002	0.0847	0.0847	0.0848	13.903
960415	1.0004	1.0003	1.0001	0.1617	0.1619	0.1617	22.979
960609	1.0001	1.0001	1.0002	0.1275	0.1273	0.1276	18.938

2.6 稳定性试验:将制备好的供试品溶液进行分析,连续观察 100 min,结果表明:显色后 10 min 以内吸收度值稳定,10 min 以后略有升高。因此要求同一试验的几个样品的测定时间间隔尽可能小。

3 结果

3.1 pH 值的确定:参考中华人民共和国药典 1995 年版及有关文献,将此显色反应的 pH 值定在 3.0~3.5 之间,在此条件下 S²⁻能与铅、锌、汞、镉、锑等 10 余种重金属离子生成化合物而显色。

3.2 硫化钠溶液配制:本方法中所用的硫化钠溶液的配制参考了日本药典,经比较此种

2.5 重现性试验:取同一批样品,剪碎,精称 5 份,每份 1 g 于坩锅内,依样品测定法操作、分析,RSD=0.61%。

方法制得的硫化钠溶液较稳定。

3.3 实验结果表明本方法结果可靠,重现性好,其最大优点是能在一次操作中准确测出中成药中绝大部分重金属含量。

致谢:本文得到天津市药品检验所中药室吕归宝主任提供技术指导,特此致谢!

参考文献

1 中华人民共和国药典.1995 年附录 50
2 王世俊.金属中毒.北京:人民卫生出版社,第Ⅱ版
3 曹菊媛,等.中成药,1992;14(9):13
4 益阳地区药品检验所.中成药,1992;14(4):12
5 黄小健,等.中草药,1989;19(110):36
6 第十三改正日本药局方

(1997-09-03 收稿)

RP-HPLC 法测定贵阳地区不同采收期
土大黄中大黄素及总游离蒽醌含量

贵州德祥制药有限公司(贵阳 550004)
贵州省药检所

杜 鹃*
吴桂芳 刘雅华

土大黄为中成药乙肝散^[1]的主药,其原植物为尼泊尔酸模 *Rumex nepalensis* Spreng,主要成分为蒽醌类化合物^[2]。分布长江以南各省,因目前尚未形成大宗商品,各地民间多自采自用。我省产量亦大,为保证药品的质量,特采集贵阳地区不同季节的药材,用反相高效液相色谱法测定土大黄中大黄素及总蒽醌的含量,该法易行、可靠、专属性好。

1 实验部分

药品与试剂:大黄素对照品(中国药品生物制品检定所提供),试剂均为 AR 级,土大黄采自贵阳乌

当区,经贵州省药品检验所鉴定。

仪器与分析条件:仪器为 LC-6A 高效液相色谱仪,SPD-6AV 检测器,C-R2A 色谱数据处理机,色谱柱为 YWG C₁₈ 250 mm×4.4 mm,流动相甲醇-0.25%磷酸(80:20),柱温:室温,检测波长:436 nm,流速 1.1 mL/min,理论塔板数以大黄素计为 3 000,分离度和对称因子均符合要求(图 1)。

标准曲线:准确吸取大黄素对照液(0.1 mg/mL 的甲醇溶液)4、8、12、16、20 μL 进样,记录色谱,以峰面积对浓度作图,得一基本过原点的直线,回归方

* 杜 鹃 药师,学历:大专,在贵州德祥制药有限公司质检科工作。主要研究成果:反相高效液相色谱法测定“乙肝散”中大黄素的含量。研究方向:中成药定量分析。