比色法测定柳叶中邻苯二酚的含量

刘 卫,刘景东,王志玲,勾凌燕,潘培森,陈 渝,耿进霞 (中国人民解放军白求恩军医学院.河北 石家庄 050081)

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)02-0134-01

垂柳 Salix babylonica L. 系垂柳科植物,具有清热 透疹 利尿解毒等功能,民间用于治疗疖肿、疮毒等炎性疾病。柳叶的水提液对肠病毒 70型具有明显的抑制作用 [1],对流行性出血性结膜炎治疗也有明显的效果,作用优于无环鸟苷 [2]。文献 [3]报道了从柳叶中提取邻苯二酚,并对化合物进行了鉴定。我们采用比色法测定柳叶中的邻苯二酚,方法简便,结果准确。可作为柳叶及制剂质量标准的控制

1 仪器与试剂

柳叶(秋后采集阴干或低温冷藏放置);紫外可见分光光度计(日本岛津);邻苯二酚对照品(优级纯,北京医药化工研制公司,含量 99.70%);试剂均为分析纯

2 方法与结果

- 2.2 标准曲线的绘制: 精密吸取邻苯二酚标准溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2 mL, \mathbb{Z} 25 mL容量瓶中,分别加入 1 mol/L盐酸 2.4 mL, 显色剂亚硝酸钠 钼酸钠液 (亚硝酸钠 10 g, 钼酸钠 15 g, 加水溶解,定容至 100 mL) 1 mL, 1 mol/L氢氧化钠 5 mL, 用水定容至刻度,放置 30 min,以水为空白,在波长(500 ± 1) nm处测定吸光度。回归方程为: A=0.081 7C+0.038 1, r=0.999 6, 结果表明,邻苯二酚浓度在 1.5~9.0 μ g/mL范围呈良好的线性关系
- 2.3 测定条件的选择: 通过考察不同的显色条件,确定 最佳 显色剂 用量 为 $1\,\mathrm{mL}$, $1\,\mathrm{mol}/\mathrm{L}$ 盐酸 $2.5\,\mathrm{mL}$, $1\,\mathrm{mol}/\mathrm{L}$ 氢氧化钠 $5\,\mathrm{mL}$; 显色后在 $20\,\mathrm{min}$ $24\,\mathrm{h}$ 内稳定。
- 2.4 柳叶中邻苯二酚的提取: 取柳叶干品,碾碎,精

密称取 10 g, 置索氏提取器中,加石油醚 $(30^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C})$ 150 m L, 水浴提取 1 h, 弃去石油醚,加 95% 乙醇 200 m L, 连续提取 10 h至无色 过滤提取液,回收乙醇至膏状,加蒸馏水 200 m L溶解,过滤,滤液用饱和碳酸氢钠调 $pH7\sim 8$, 用乙醚 150 m L萃取 3次,合并醚层,弃去水层,回收乙醚,残渣用水定容至 50 m L, 备用。

- 2. 5 回收率试验: 采用加样回收法,取已知含量的柳叶适量,分别添加邻苯二酚,按柳叶的测定方法计算回收率,结果平均回收率为 96. 7%, RSD为 1. 2% (n=3)
- 2.6 样品测定:精密吸取备用液 1 m L,按线性实验方法测定吸光度,代入回归方程计算含量,结果见表 1

表 1 柳叶中邻苯二酚的测定结果 (n=3)

样品	邻苯二酚的含量 (%)	R SD (%)
1	0. 130	1. 05
2	0. 132	1. 17
3	0. 126	1. 32

3 讨论

- 3.1 邻苯二酚易氧化,本身不很稳定,提取后应及时测定,时间过久含量偏低
- 3. 2 在提取过程中加入适量的络合剂或调至溶液 弱酸性,可提高提取液的稳定性
- 3.3 我们采用比色法测定柳叶中的邻苯二酚,建立邻苯二酚的含量测定新方法,此法简便,重现性好,适用于柳叶及其制剂中邻苯二酚的含量测定。参考文献:
- [1] 陈 娟,黄祥瑞,马 刚,等.柳叶 1号药物抗 EV 70作用的体 外效果观察 [J]. 军事医学科学院院刊, 1993, 23(1): 22.
- [2] 马 刚,刘 卫,杨素碧,等.柳叶对流行性出血性结膜炎的作用观察[J].中国中医眼科杂志,1997,4(7):248.
- [3] 王景祥,张黎明,朱丽青,等.从柳叶中提取邻苯二酚及其二乙酰衍生物的制备[J]. 药学通报,1988,23(1): 15.