

(新编中药志) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2002.
 [3] Guangxi Public Health Bureau. *The Standard of Chinese Medicinal Material Herbs in Guangxi* (广西中药材标准) [M]. Nanning: Guangxi Science and Technology Press, 1990.

[4] Zhang G J, Xu G J, Ji J Y, et al. *Complete Collection of Identification of Chinese Medicinal Material in Common Use* (常用中药鉴定大全) [M]. Harbin: Heilongjiang Science and Technology Publishing House, 1993.

杭白芍和亳白芍中苯甲酸的含量测定

陈科敏¹, 吴巧凤^{2*}

(1. 浙江省台州市第一人民医院, 浙江 台州 318020; 2. 浙江中医学院 药理学系, 浙江 杭州 310053)

白芍为毛茛科芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 经去皮水煮加工后的干燥根。苯甲酸在芍药中一般被视为无效成分, 而且还会增加肝脏的解毒负担, 摄入一定量产生不良反应, 故测定白芍中苯甲酸的含量, 可部分评定白芍药材质量。本实验对白芍样品进行氯仿提取碳酸氢钠除杂后, 采用紫外分光光度法测定苯甲酸的含量。

1 仪器和试剂

Lamba—12 紫外分光光度计 (PE 公司); 微量进样器 (宁波市镇海玻璃仪器厂)。杭白芍 (磐安产)、亳白芍 (亳州产) 直接从产地购得, 并经浙江中医学院鉴定教研室来平凡教授鉴定为 *Paeonia lactiflora* Pall.。其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 精密称取 80 真空干燥至恒重的苯甲酸对照品 0.250 1 g, 置 250 mL 量瓶中, 用 1% NaHCO₃ 溶液定容, 即得 1 mg/mL 的苯甲酸对照品液。

2.2 供试品溶液的制备: 精密称取白芍 4 份, 每份 3 g。先用 10 mL CHCl₃ 浸渍过夜, 将浸渍后的样品用 10 mL CHCl₃ 超声提取 3 次, 每次 10 min。合并提取液, 回收 CHCl₃ 再加适量无水乙醇溶解, 滤过, 滤液蒸干溶剂, 残渣加 1% NaHCO₃ 溶解, 滤过, 滤液定容于 2 mL 量瓶中, 即得。

2.3 标准曲线的绘制: 精密吸取对照品溶液 0、20、40、80、120 μL 至 10 mL 量瓶中, 加 1% NaHCO₃ 溶液至刻度。以 1% NaHCO₃ 溶液为参比溶液, 在 223 nm 波长处测定吸光度, 吸光度与质量浓度的回归方程为: $A = 0.06097 + 0.1247C$ ($r = 0.9995$)。结

果表明在 0~12.0 μg/mL 成线性关系。

2.4 精密度试验: 同一样品连续测定 5 次, 计算得吸光度 RSD = 3.5%。

2.5 回收率试验: 精密称取 5 份已知苯甲酸含量的药材样品 1.0 g, 各加入 1 mL 对照品液 (质量浓度为 0.256 4 mg/mL)。按供试品溶液制备方法制备, 依法测定, 计算回收率, 结果平均回收率 100.9%, RSD = 0.792%。

2.6 样品的测定: 精密吸取供试品液各 200 μL 置 10 mL 量瓶中, 用 1% NaHCO₃ 稀释至刻度, 其余操作同“标准曲线的绘制”, 测定结果见表 1。

表 1 苯甲酸的测定结果 (n = 5)

Table 1 Content of benzoic acid (n = 5)			
样品	产地	苯甲酸/%	RSD/%
白芍	磐安	0.012 8	2.01
白芍	亳州	0.022 0	1.23

3 讨论

3.1 最大吸收波长的确定: 以 1% NaHCO₃ 溶液为参比溶液, 在 200~400 nm 波长对苯甲酸对照品溶液和白芍样品溶液分别进行扫描, 结果均在 223 nm 处有最大吸收, 故确定 223 nm 为测定波长。

3.2 供试品溶液的制备过程中, 根据苯甲酸在 CHCl₃ 中易溶且呈酸性的特点, 先用 CHCl₃ 提取, 从而除去亲水性杂质, 后用 1% NaHCO₃ 溶液为溶剂, 从而除去亲脂性杂质。采用紫外分光光度法在 223 nm 处测芍药中苯甲酸的含量, 其方法具有简便、准确、稳定、线性关系良好的特点。所得苯甲酸成分较纯, 杂质较少。

3.3 由实验结果可知杭白芍 (磐安产) 中有害成分苯甲酸最低。