

紫外-可见分光光度法测定马应龙痔疮膏中氧化锌的含量

杨连菊¹, 冯学锋¹, 徐子芳^{1,2}, 李娆娆^{1*}, 冯林敏³, 程明¹, 顾雪竹¹

(1. 中国中医科学院中药研究所 北京 100700; 2. 江西中医学院, 南昌 330008;
3. 北京中医药大学 中药学院, 北京 100102)

[摘要] 目的: 确定紫外-可见分光光度法测定马应龙痔疮膏中氧化锌的含量的方法。方法: 采用紫外可见分光光度法测定 3 批马应龙痔疮膏中氧化锌的含量。采用锌试剂显色的方法。以标准曲线法计算含量。结果: 紫外-可见分光光度法测定氧化锌含量为 $61.87 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$, 与络合滴定法相比, 灵敏度较高。结论: 该方法准确、灵敏度高, 适用于测定炉甘石药材及饮片

中氧化锌的含量。

[关键词] 紫外-可见分光光度法; 马应龙痔疮膏; 氧化锌

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)21-0060-03

Study on the Content of Zinc Oxide in Mayinglong Hemorrhoids Ointment by Ultraviolet-visible Spectrophotometry

YANG Lian-ju¹, FENG Xue-feng¹, XU Zi-fang^{1,2}, LI Rao-rao^{1*}, FENG Lin-min³, CHENG Ming¹, GU Xue-zhu¹

(1. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Science, Beijing 100700, China;

2. Jiangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330008, China;

3. Institute of Chinese Medicine, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the method of determining zinc oxide content in Mayinglong Hemorrhoids Ointment by UV-VIS spectrophotometry. **Method:** The contents of zinc oxide in 3 batches of this preparation were determined by UV-VIS spectrophotometry. Chromogenic method of zinc reagent was used. **Result:** This method is higher sensitivity than titration. **Conclusion:** The UV-VIS spectrophotometry method is suitable for the determination of zinc oxide in this preparation.

[Key words] UV-VIS spectrophotometry; Mayinglong hemorrhoids ointment; zinc oxide

马应龙痔疮膏具有清热解毒, 活血化痰, 去腐生肌的功效, 用于治疗各类痔疮、肛裂、肛周湿疹等病症。煅炉甘石为本制剂的主要成分之一, 2010 年版《中国药典》采用络合滴定法对该制剂中煅炉甘石中的氧化锌含量进行测定^[1]。目前采用紫外-可见分光光度法测定复方炉甘石洗剂中氧化锌的含量已有报道, 而本文含量测定方法进行了修订, 根据氧化

锌与锌试剂呈色的原理, 采用紫外-可见分光光度法直接测定该制剂中氧化锌的含量。本方法灵敏度高, 简便、易操作, 为提高该制剂的内在质量提供了实验数据。

1 材料

1.1 仪器 UVWINv5.0.5 新世纪紫外-可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)。

1.2 试剂 氧化锌对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 111619-200301)。锌试剂(国药集团化学试剂有限公司, 批号 F20080121), 氢氧化钠、氯化钾、盐酸、硼酸等试剂均为分析纯。马应龙麝香痔疮膏(批号 090919)和痔疮膏的阴性对照药材粉末由马应龙药业集团股份有限公司提供(批号 100303,

[收稿日期] 20110612(007)

[基金项目] 科技部国家科技支撑计划项目(2008BAI55B02)

[第一作者] 杨连菊, Tel: 010-643032656, E-mail: ylj0705@yahoo.com.cn

[通讯作者] * 李娆娆, Tel: 010-64014411-2975, E-mail: leeraorao@163.com

100360),分别购自北京金象大药店和永安堂药店。

氢氧化钠试液:取氢氧化钠 4.3 g,加水 100 mL 使溶解。**稀盐酸试液:**准确量取盐酸 234 mL,加水至 1 000 mL。**硼酸-氯化钾缓冲液(pH 9.0):**取硼酸 3.09 g,加 0.1 mol·L⁻¹氯化钾溶液 500 mL,使溶解,再加 0.1 mol·L⁻¹氢氧化钠溶液 210 mL。**锌试剂溶液的配制:**取锌试剂 0.13 g,加氢氧化钠试液 2 mL 溶解,加水至 100 mL^[2]。

2 方法与结果

2.1 试液的制备

2.1.1 对照品溶液 取氧化锌对照品 80 mg,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入稀盐酸 50 mL 振摇,精密量取 25 mL 置 100 mL 量瓶中,加水至刻度摇匀,精密量取 10 mL 置 100 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 中含氧化锌 40 μg)。

2.1.2 供试品溶液 取本品约 1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加三氯甲烷 20 mL,超声(频率 25 kHz)处理 15 min,加稀盐酸 50 mL 超声(频率 25 kHz)处理 15 min,静置,待其分层完全,精密量取上层酸水液 25 mL,置 100 mL 量瓶中,加水至刻度摇匀,用干燥滤纸滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 10 mL 置 100 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,备用。

2.1.3 阴性对照液 精密称取除去煅炉甘石的其他药材粉末制成的制剂 1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,其余步骤按 2.1.2 项方法操作,制备阴性对照液。

2.2 检测波长的选择 分别精密移取 2.1.1 项下 2.1.2 项下和 2.1.3 项下的溶液各 2 mL,分别置 50 mL 量瓶中,精密加硼酸-氯化钾缓冲液(pH 9.0) 10 mL 与锌试剂 3 mL,用水至刻度,摇匀,分别在 400~800 nm 扫描吸收光谱,对照品溶液和供试品溶液确定在 620 nm 处有最大吸收,阴性对照液在此处几无吸收。

2.3 线性范围 准确移取氧化锌对照品溶液 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0 mL 分别置 50 mL 量瓶中,各精密加硼酸-氯化钾缓冲液(pH 9.0) 10 mL 与锌试剂 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀;同时取空白对照液,同法操作,测定吸光度,以浓度(*C*)为横坐标,吸光度(*A*)为纵坐标,进行回归处理,得回归方程 $A = 0.308C + 0.0817 (r = 0.9998)$ 。

2.4 测定方法 分别取各痔疮膏样品约 1.0 g,按照 2.1.2 项下的方法制备。精密移取供试品溶液 2

mL,置 50 mL 量瓶中,精密加硼酸-氯化钾缓冲液(pH 9.0) 10 mL 与锌试剂 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀;准确移取空白对照液 2 mL,置 50 mL 量瓶中,同上操作,作为空白对照;照紫外-可见分光光度法(附录 V A)^[1],在 620 nm 波长处分别测吸光度,计算其含量。

2.5 方法学考察

2.5.1 精密度试验 精密称取供试品(批号 090919)约 1.0 g,按照 2.1 项下的方法制备供试品溶液和空白对照液,按照 2.4 项下的方法连续测定吸光度 6 次,计算 RSD 0.14%,表明仪器的精密度良好。

2.5.2 重复性试验 精密称取同一样品 6 份,每份约 1.0 g,精密称定,按照 2.1 项下的方法制备供试品溶液和空白对照液,按照 2.4 项下的方法进行测定,测定吸光度,计算 RSD 1.17%,表明样品的制备方法重复性良好。

2.5.3 稳定性试验 取同一样品约 1.0 g,精密称定,按照 2.1 项下的方法制备供试品溶液和空白对照液,按照 2.4 项下的方法进行测定,分别在 0, 15, 40, 60, 80, 100, 130, 150, 170, 190, 210 min 测定其吸光度,计算 RSD 1.71%,表明样品在 210 min 中内稳定。

2.5.4 加样回收率试验 取已经含量的制剂(批号 090919)6 份,每份约 0.5 g,精密称定,分别精密加入干燥的对照品约 40 mg,按照 2.1 项下的方法制备供试品溶液和空白对照液,按照 2.4 项下的方法进行测定,计算含量平均回收率的 RSD 1.62%。

2.6 样品测定 分别称取各批马应龙麝香痔疮膏约 1.0 g,精密称定,按照 2.1 项下的方法制备供试品溶液和空白对照液,按照 2.4 项下的方法进行测定,结果 3 批样品中氧化锌分别为 63.3, 62.2, 60.1 mg·g⁻¹。

3 讨论

本实验应该避光操作。由于锌试剂溶液在光照下不稳定,因此溶剂应该使用前临时混配,并且置棕色瓶中避光保存。

经对氧化锌对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液在不同浓度下进行吸收度的光谱扫描,确定氧化锌对照品、制剂供试品溶液显色反应后的产物在 620 nm 处均为最大吸收,因此选择该波长为检测波长,而在此波长处,阴性对照几无吸收,因此可以

柱前衍生化毛细管气相色谱法分析松茸多糖的单糖组成

刘刚*, 王辉, 周建, 周本宏
(武汉大学人民医院药学部, 武汉 430060)

[摘要] 目的: 采用毛细管气相色谱法测定松茸多糖的单糖组成及摩尔比。方法: 采用三氟乙酸水解松茸多糖, 六甲基二硅烷(HMDS)和三甲基氯硅烷(TMCS)作硅烷化试剂, 将单糖衍生化为三甲基硅烷衍生物, 以肌醇为内标物, 用 HP-50 毛细管色谱柱(0.32 mm × 30 m), 氢火焰检测器(FID)气相色谱法测定了松茸多糖中单糖组成。结果: 通过分析, 6 种标准单糖全部达到基线分离, 分析时间为 15 min; 松茸多糖是由葡萄糖、木糖和半乳糖组成的杂多糖, 其摩尔比为 14.84:1.42:1.00。结论: 结果表明该方法可快速有效的分析多糖中的单糖组成。

[关键词] 松茸; 多糖; 气相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)21-0062-03

Analysis of Monosaccharides Composition in Polysaccharide of *Tricholoma matsutake* by Precolumn Derivatization and Capillary Gas Chromatography

LIU Gang*, WANG Hui, ZHOU Jian, ZHOU Ben-hong

(Department of Pharmacy, Renmin Hospital of Wuhan University, Wuhan 430060, China)

[Abstract] **Objective:** To analyze the monosaccharides composition and their molar ratio in *Tricholoma matsutake* polysaccharide. **Method:** The monosaccharide units were hydrolyzed by trifluoroacetic acid from polysaccharide in *T. matsutake* and derivatized with hexamethyldisilane (HMDS) and trimethylchlorosilane (TMCS) to form trimethylsilyl derivative. The capillary chromatographic column HP-50 (0.32 mm × 30 m) and FID detector were used in GC determination with inositol as internal standard. **Result:** Under the optimum conditions, the six standard monosaccharides were in baseline separation within 15 min, *T. matsutake* polysaccharide was composed of glucose, xylose and galactose with the molar ratio of 14.84:1.42:1.00. **Conclusion:** The results indicated that this method was effective and quick in analyzing the components of monosaccharides.

[Key words] *Tricholoma matsutake*; polysaccharide; gas chromatography

[收稿日期] 20110415(004)

[基金项目] 湖北省自然科学基金项目(2010CDB06907)

[通讯作者] * 刘刚, 博士, 副主任药师, 从事天然药物化学研究, Tel:027-88041911-88891, E-mail: liugang_wh@126.com

忽略阴性对照的干扰。

分光光度法与滴定法相比较, 具有灵敏度高的优点。选用分光光度法测定马应龙麝香痔疮膏中氧化锌的含量, 方法简单、重复性好, 可用于该制剂中的质量控制。

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2010:511, 附录 30.

[2] 徐永波, 梁秀芬, 王蓉华. 分光光度法测定复方氧化锌洗剂中氧化锌的含量[J]. 中国医疗前沿, 2007, 2(8):78.

[3] 黄萍, 黄群, 蓝忠, 等. 呋喃西林炉甘石洗剂质量标准制定和验证[J]. 临床合理用药, 2010, 3(4):83.

[责任编辑 蔡仲德]