

紫外分光光度法测定复方红景天片中总黄酮含量

孙成宏^{1,2}, 邓虹珠^{1*}, 易延逵¹

(1. 南方医科大学中医药学院, 广东 广州 510515; 2. 白求恩国际和平医院药剂科, 河北 石家庄 050082)

[摘要] 目的: 建立以紫外分光光度法测定复方红景天片中总黄酮含量的方法。方法: 采用紫外分光光度法, 检测波长为 254 nm, 以大豆苷元为标准品测定本品总黄酮含量。结果: 本品中大豆苷元浓度在 0.8~6.4 mg·L⁻¹ 范围内与吸光度线性关系良好($r=0.9999$), 平均回收率为 100.76% (RSD=0.37%)。结论: 该方法准确可靠, 操作简便, 稳定性好。

[关键词] 复方红景天片; 总黄酮; 紫外分光光度法; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)04-0022-02

复方红景天片为我院的科研制剂, 具有滋肾益精, 补气养血之功效, 用于抗疲劳, 提高机体免疫力。为控制产品内在质量, 保证生产投料的准确性及临床用药的安全性、有效性, 参照文献选用大豆苷元(大豆异黄酮)为标准品, 对复方红景天片中总黄酮的含量进行了测定。结果表明本法简便、准确、专属性好。

1 仪器及试剂

1.1 仪器 HP8453 紫外分光光度计(美国惠普); JJ500 型精密电子天平(美国双杰兄弟集团有限公司); AE240 电子分析天平(瑞士梅特勒公司); LQ-250 超声波清洗器(上海音波声科技公司)。

1.2 试药 80% 甲醇, 甲醇, 均为国产分析纯; 大豆苷元对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号: 1502-200101), 复方红景天片(批号: 080301, 080302, 080307)由南方医科大学中医药学院制剂中心生产。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备^[1] 精确称取大豆苷元对照品 2.0 mg, 置于 25 mL 量瓶中, 以甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 即得。

2.2 线性关系考察^[1] 分别精密吸取对照品溶液 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.6, 0.8 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。以甲醇为空白, 在 254 nm 的波长处测定吸光度。以浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标绘制标准曲线, 得回归方程 $Y=0.9084X+0.0245$, $R=0.9999$, 线性范围(0.8~6.4) mg·L⁻¹, 如图 1。

2.3 精密度实验 取对照品溶液, 用 HP8453 型紫外分光光度计在波长 254 nm 处连续测定 6 次, 结果 RSD=0.17%, 说明仪器精密度较好。

2.4 样品测定

2.4.1 供试品溶液的制备 取本品 4 片(研成粉末为 2 g), 精密称质量, 置 100 mL 圆底烧瓶中, 加 80% 甲醇 70 mL 超声处理(功率 300 W, 频率 50 kHz) 40 min, 趁热抽滤, 甲醇提取液在 35 °C 减压蒸去甲醇,

[收稿日期] 2008-09-24

[通讯作者] * 邓虹珠, Tel: (020) 61689106

然后在 45 °C 减压蒸去水, 再加入 20 mL 甲醇溶解作为供试品溶液备用。

2.4.2 含量测定 精确量取供试品溶液 0.01 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 照紫外分光光度法在波长 254 nm 处测定吸光度值 3 次, 取平均值。根据标准曲线计算三批样品含量分别为 5.19, 5.40, 5.29 (mg/片)。检测 3 批样品在波段 (200~400) nm 条件下如图 2~ 4。

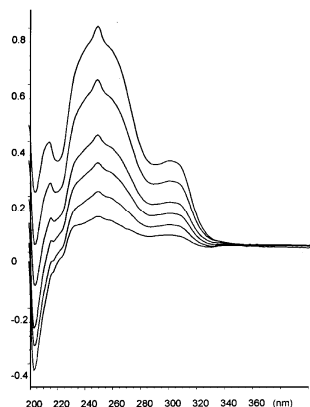


图 1 大豆苷元对照品

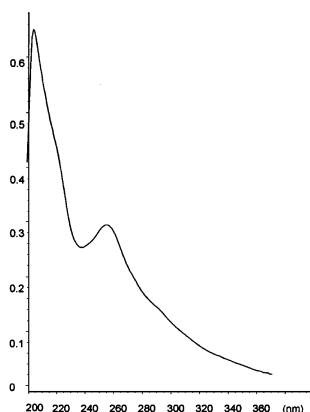


图 2 供试品 1

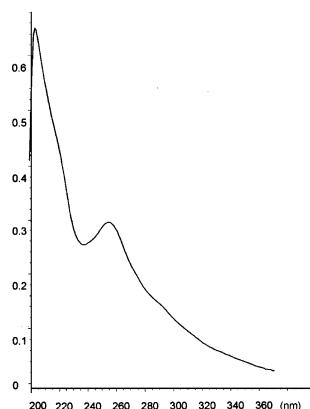


图 3 供试品 2

2.5 稳定性试验 取精密度实验下的项下的供试液, 置室温条件下保存, 分别在 0, 3, 6, 9, 12 h 内测定吸光度(A)。结果吸光度的 RSD% = 0.23% (n = 5), 表明供试液吸光度在 12 h 内基本无变化。

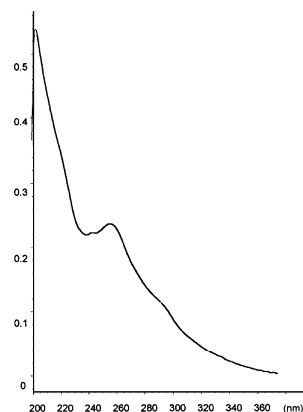


图 4 供试品 3

2.6 精密度试验 取供试品溶液 0.01 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 用 HP8453 型紫外分光光度计在波长 254 nm 处连续测定 6 次 A 值, 结果 RSD = 0.41%, 说明仪器精密度较好。

2.7 加样回收试验^[2] 取已知含量的样品 6 份, 分别置 100 mL 量瓶中, 加入大豆苷元对照品适量, 按供试品溶液的制备方法处理, 再按 2.4.2 的方法进行含量测定, 计算回收率, 结果见表 2 回收率的平均值为 100.76%, RSD = 0.37%, 表明方法的回收率较好。

表 2 加样回收率试验结果 (n = 6)

序号	称样量 (g)	样品中量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	RSD (%)
1	1.003 6	10.626 1	10.100 0	20.959 0	101.12	
2	1.005 4	10.645 2	10.100 0	20.988 0	101.17	
3	1.004 2	10.632 5	10.100 0	20.924 0	100.92	0.37
4	1.006 5	10.656 8	10.100 0	20.880 0	100.59	
5	1.006 7	10.658 9	10.100 0	20.863 0	100.51	
6	1.012 5	10.720 4	10.100 0	20.868 0	100.23	

3 讨论

本方法采用紫外分光光度法, 与其它方法比较简便快捷, 易于操作。以大豆苷元为标准品, 测定复方红景天片中总黄酮的含量, 经全波长扫描确定最大吸收波长 254 nm 为检测波长。溶液在检测浓度范围内线性良好, 回收率符合要求, 供试品、对照品溶液配制 12 h 内基本稳定, 经该方法测定研制的各批复方红景天片中黄酮含量均大于 5 mg (以大豆苷元计)。

[参考文献]

- [1] 刘延敏, 潘海宇, 吴振刚. 紫外分光光度法检测保健食品中大豆异黄酮的含量[J]. 第四军医大学学报, 2006, 27(2): 20.
- [2] 许勇, 黄晓瑾, 陆波. 紫外分光光度法测定复方银杏叶胶囊总黄酮总量[J]. 中国医药研究, 2004, 2(8): 63-64.