

了哥王片总黄酮含量测定方法的研究

张美玲¹, 甄汉深^{2*}

(1. 湛江博康海洋生物有限公司, 广东 湛江 524094; 2. 广西中医学院, 广西 南宁 530001)

[摘要] 目的: 为制定了了哥王片的含量测定方法提供科学的依据。方法: 采用可见分光光度法对了哥王片中的总黄酮进行含量测定。结果: 本方法具有准确、重复性好、稳定可靠, 其平均回收率 100.8% (RSD= 1.2%)。结论: 该法可作为制定了了哥王片含量测定的方法。

[关键词] 了哥王片; 总黄酮; 芦丁; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)07-0003-02

Determination of Total Flavonoids in Liaogewang Tablet

ZHANG Mei-ling¹, ZHEN Han-shen^{2*}

(1. Zhanjiang Bokang Marine Biological CO., LTD. Zhanjiang 524094, China;

2. Guangxi University Traditional Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To provide scientific basis for Liaogewang Tablet quality control. **Methods:** The ultraviolet and visible spectros photometry was used to determine the total flavonoid in Liaogewang Tablet. **Results:** The method is simple, accurate, and reliable, The average recovery was 100.8% (RSD= 1.2%). **Conclusion:** This method can be applied to the quality control of the preparations.

[Key words] Liaogewang Tablet; total flavones; rutin; determination

了哥王片为中成药, 具有消炎, 解毒之功效。主要用于支气管炎, 肺炎, 扁桃体炎, 腮腺炎, 乳腺炎, 蜂窝组织炎等症。其收载于 1977 年版《中国药典》中, 质量标准中原无含量测定项, 了哥王药材中含有小麦黄素、羟基芫花素、挥发油、黄酮类等^[1], 本文采用可见分光光度法对其总黄酮进行含量测定, 报道如下:

1 仪器与试剂

UV-1601 型紫外-可见分光光度计(日本岛津公司); GR202 电子分析天平(日本 A&D)。

试剂 了哥王片(广东罗浮山药业有限公司生产); 了哥王片阴性制剂(广东罗浮山药业有限公司提供); 芦丁对照品(供 UV 法含量测定用, 批号:

100080-200306, 中国药品生物制品检定所): 其余所用的试剂均为分析纯。

2 试验方法与结果

2.1 检测波长的选择 经过对芦丁的紫外-可见吸收光谱的测定, 芦丁的紫外最大吸收峰分别为 208, 260, 360 nm, 但干扰因素多。而在可见光区 500 nm 处吸收峰干扰因素少, 故选 500 nm 为检测波长。

2.2 提取溶剂的选择 取本品适量, 研细, 分成 5 份, 每份约 0.6 g, 精密称定, 分别精密加入 40% 乙醇、50% 乙醇、60% 乙醇、70% 乙醇、50% 甲醇提取, 在 500 nm 波长处测定吸光度, 试验结果表明: 以 50% 乙醇作为提取溶剂, 吸光度值最大。故采用 50% 乙醇作为本品的提取溶剂。

2.3 提取方法的选择 取本品适量, 除去糖衣, 研细, 分成 2 份, 每份约 0.6g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 分别精密加入 50% 乙醇 70 mL, 置水浴上微热并时时振摇 30 min 或超声提取(40 KHz, 250 W) 30

[收稿日期] 2007-09-03

[通讯作者] * 甄汉深, Tel: (0771) 2219867; E-mail: zhenhsh@yahoo.com.cn

min 进行对比; 试验结果表明: 两种方法的提取效果基本一致, 但在试验过程中发现, 供试品溶液超声后静至 4 h 仍不能澄清, 故选择置水浴上微热并时时振摇作为本品的提取方法。

2.4 提取时间的选择 取供试品分别提取 15, 30, 45 min; 结果表明提取 30 min 已提取完全, 故选择提取 30 min 作为本品的提取时间。

2.5 线性关系考察 取对照品溶液(浓度为 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 mL, 分别置 25 mL 量瓶中, 加水至 6 mL, 加 5% 亚硝酸钠溶液 1 mL, 混匀, 放置 6 min, 加 10% 硝酸铝溶液 1 mL, 摇匀, 放置 6 min, 加氢氧化钠试液 10 mL, 再加水至刻度, 摇匀, 放置 15 min; 以相应的溶液为空白。照紫外-分光光度法, 在 500 nm 波长处测定吸光度, 平行测定 2 次, 以平均吸光度为纵坐标、浓度为横坐标。在 $(0.020 \sim 0.120) \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内, 得回归方程: $Y = 12.0695X - 0.0226$ ($R = 0.9999$), 试验结果表明: 芦丁浓度在 $(0.020 \sim 0.120) \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内吸光度有良好的线性关系。

2.6 重复性试验 取同一批样品(批号: L06E224) 6 份, 每份约 0.6 g, 精密称定, 按含量测定方法制备供试品溶液, 依样品测定项下方法测定其含量, 结果 $RSD = 0.60\%$, $n = 6$ 。

2.7 中间精密度 取同一批样品(批号: L06E224) 6 份, 每份约 0.6 g, 分别由 A、B、C 3 人, 在不同的时间, 用同一台设备, 按含量测定方法制备供试品溶液, 依法测定吸光度, 计算 RSD。试验结果 $RSD = 0.94\%$ 。

2.8 专属性 了哥王阴性供试品溶液的制备按处方及制法, 制成缺了哥王药材的阴性样品。取了哥王阴性制剂 0.2888 g, 依法制备, 即得。按拟定的方法进行试验, 结果了哥王阴性样品溶液在 500 nm 处的吸光度为 0.0061, 为供试品溶液吸光度的 1.20%。表明此法阴性无干扰, 专属性强。

2.9 稳定性试验 取同一批样品的供试品溶液, 分别于 0, 2, 4, 6, 8 h, 按含量测定方法测定吸光度, 计算 RSD。试验结果表明进样在 8 h 内稳定 ($RSD = 0.97\%$, $n = 5$)

2.10 加样回收测定 取已知含量的(批号: L06E224, 含量 $26.00 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 供试品 6 份, 每份约 0.3 g, 研细, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 分别精密加入芦丁对照品溶液($1.5847 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 5 mL, 加

50% 乙醇 65 mL, 置水浴上微热并时时振摇 30 min, 放冷, 加 50% 乙醇至刻度, 摇匀, 放置 4 h, 精密量取上清液 6 mL, 置 25 mL 量瓶中, 照标准曲线的制备项下方法, 自“加 5% 亚硝酸钠溶液 1 mL”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中无水芦丁的重量。计算得平均回收率为 100.8%, $RSD = 1.2\%$, 回收率试验符合规定, 表明本方法准确性良好。

2.11 样品的含量测定 取供试品 10 批, 除去糖衣, 研细, 取约 0.6 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 分别精密加入 50% 乙醇甲醇 70 mL, 置水浴上微热并时时振摇 30 min, 放冷, 加相应溶媒至刻度, 摇匀, 放置 4 h, 精密量取上清液 6 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加 5% 亚硝酸钠溶液 1 mL, 混匀, 放置 6 min 加 10% 硝酸铝溶液 1 mL, 摇匀, 放置 6 min, 加氢氧化钠试液 10 mL, 再加水至刻度, 摇匀, 放置 15 min; 以相应的溶液为空白, 在 500 nm 波长处测定吸光度依法测定吸光度, 计算含量, 结果见表 1。

表 1 了哥王片中总黄酮(以芦丁计)含测结果

批号	含量(mg/片)
0401271	9.57
0408302	10.96
0411041	9.42
0503041	12.34
0505251	13.53
0606102	13.38
0508102	8.75
0601093	7.62
0602093	9.89
0604014	7.18

3 讨论

了哥王片超声波处理方法虽然方便, 但需静置的时间长, 静置 4 h 尚不能达到澄清的效果, 对试验结果的重现性有一定的影响, 故选择置水浴上微热并时时振摇作为本品的提取方法。

本方法合理、准确、可靠, 可作为了哥王片的质量控制方法。

[参考文献]

- [1] 陈爽, 邵曼莉, 杨振宇, 等. 正交试验优选了哥王的提取工艺[J]. 中草药, 2007, 38(2): 208-210.
- [2] 耿立冬, 张村, 肖永庆. 了哥王化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2005, 31(10): 817-819.