

紫外分光光度法测定骨宝听肾片中总黄酮的含量

张彦¹, 金向群^{1*}, 时颖²

(1. 吉林大学药学院, 吉林 长春 130021; 2. 武警吉林省总队医院急诊科, 吉林 长春 130052)

[摘要] 目的: 测定骨宝听肾片中总黄酮的含量, 从而对本品质量进行控制。方法: 采用紫外分光光度法测定, 测定波长为 270 nm。结果: 淫羊藿苷在 2.55~20.44 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的范围内, 线性关系良好, 回归方程为 $Y=0.037359X+0.000443$, 相关系数 $r=0.9999$, 加样回收率为 99.2%, RSD 为 0.97%。结论: 该法简便易行、快速、准确, 可以作为本品的质量控制方法之一。

[关键词] 总黄酮; 紫外分光光度法; 含量; 骨宝听肾片

[中图分类号] R284.2 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2009)03-0017-02

Determination of Total Flavonoids in Gubaoxinshen Tablets by UV Spectrophotometry

ZHANG Yan¹, JIN Xiang-qun^{1*}, SHI Ying²

(1. Pharmaceutical College, Jilin University, Changchun 130021, China;

2. Jilin Armed Police Hospital, Changchun 130052, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the total flavonoids in Gubaoxinshen Tablets and to control the quality of the preparation. **Method:** The contents of total flavonoids were determined by UV spectrophotometry with a detection wavelength at 270 nm. **Results:** The calibration curve was linear in the range of 2.55~20.44 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. The regression equation was $Y=0.037359X+0.000443$ ($r=0.9999$) for icarrin. The average recovery was 99.2%, and RSD was 0.97%. **Conclusion:** The method is simple and accurate for the determination of the total flavonoids in Gubaoxinshen Tablets, and can be used as one of the quality control methods for the Gubaoxinshen Tablets.

[Key words] total flavonoids; UV spectrophotometry; content; Gubaoxinshen Tablets

骨宝听肾片属于中药二类新药, 是由大豆、淫羊藿 2 味中药材经提取等工艺制成。本文以淫羊藿苷为对照品, 采用紫外分光光度法, 建立了骨宝听肾片中总黄酮的含量测定方法^[1~2]。本方法的精密度试验、稳定性实验、重复性试验及加样回收率试验结果良好, 试验所用的仪器设备简单, 适于普及, 可用于骨宝听肾片的质量控制。

1 仪器与试药

1.1 仪器 UV752 型紫外分光光度计; TCQ-250 超声仪(北京医疗设备二厂); 分析天平(上海仪器厂)。

1.2 试药 淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0781-9404); 骨宝听肾片为本实验室制; 所用乙醇、甲醇均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备 取本品 20 片, 除去薄膜衣, 研细, 取约 0.25 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶内, 加 70% 乙醇 40 mL, 超声处理(功率为 250 W, 频率为 20KHz) 30 min, 加 95% 乙醇至刻度, 滤过, 精密吸取滤液 10 mL, 置蒸发皿中蒸干, 用 20 mL 蒸馏水溶解后, 通过 D₁₀₁ 大孔吸附树脂柱(内径 1 cm、长 10 cm), 以 100 mL 蒸馏水洗脱, 弃去洗脱液, 再用 95% 乙醇 100 mL 洗脱, 收集洗脱液, 回收乙醇并蒸干, 用 95% 乙醇加热溶解并定容置 10 mL 的容量瓶中, 加 95% 乙醇至刻度, 摇匀, 精密吸取 0.2 mL 至 25 mL 容量

[收稿日期] 2008-07-24

[通讯作者] * 金向群, Tel: (0431) 85619662; E-mail: jinxq@jlu.edu.cn

瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.2 淫羊藿苷对照品溶液的制备 精密称取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 15 μg 的溶液,即得。

2.3 最大波长的确定 量取对照品溶液和供试品溶液适量,分别在 190~ 400 nm 波长范围内测定吸收度,绘制成曲线,确定检测波长为 270 nm,淫羊藿苷紫外吸收光谱,供试品紫外吸收光谱见图 1、2。

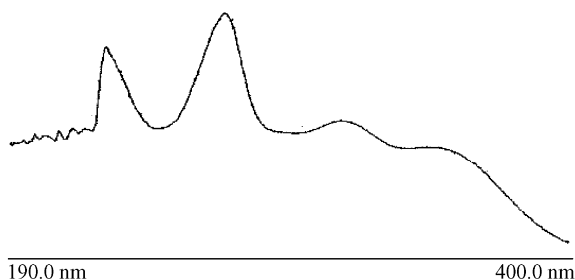


图 1 淫羊藿苷紫外吸收光谱

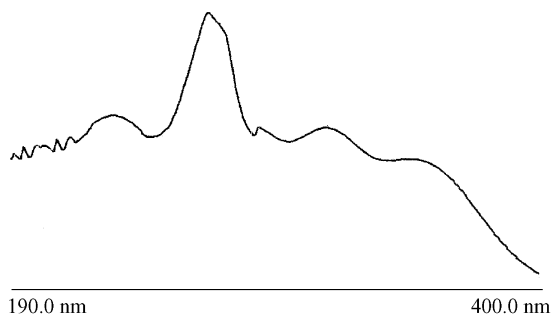


图 2 供试品紫外吸收光谱

2.4 线性关系的考察 精密称取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.051 mg 的溶液,精密吸取此溶液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL, 分别置于 10 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度。以甲醇为空白,在 270 nm 波长处测定吸收度。以淫羊藿苷浓度为横坐标,以吸收度为纵坐标绘制曲线。回归方程为: $Y = 0.037359X + 0.000443$, $r = 0.9999$, 表明淫羊藿苷在 2.55~ 20.44 μg·mL⁻¹ 之间,线性良好。

2.5 精密度实验 取同一样品按 2.1 方法处理,连续测定 5 次,计算, RSD 为 1.2%, 本方法的精密度良好。

2.6 稳定性实验 取 1 份供试品溶液在 1, 3, 5, 7, 9, 11 h 时,测定吸收度,计算, RSD 值为 2.6%, 表明供试品溶液在 11 h 内稳定。

2.7 重复性实验 取同一批号的样品 5 份,制备成供试品溶液,测定吸收度,计算, RSD 值为 2.4%, 表明该方法测定总黄酮重复性良好。

2.8 加样回收率实验 精密称取淫羊藿苷对照品

适量,加入到已知总黄酮含量的样品中,按 2.1 方法制备供试品溶液,测定吸收度,计算回收率,结果表明加样回收率的平均值为 99.2%, RSD 值为 0.97%, 见表 1。本方法的回收率较好。

表 1 加样回收率实验结果

样品	取样量 (g)	样品中含量(mg)	加入量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.043 4	10.63	9.82	20.43	99.80	99.2	0.97
2	0.048 6	11.90	9.82	21.65	99.29		
3	0.039 8	9.74	9.82	19.59	100.31		
4	0.036 5	8.94	9.82	18.65	98.88		
5	0.034 8	8.52	9.82	18.09	97.45		
6	0.042 9	10.50	9.82	20.24	99.19		

2.9 样品的含量测定 取不同批号的样品按照 2.1 方法制备供试品溶液,精密吸取 2 mL,测定吸收度,并计算骨宝听肾片中的总黄酮含量以淫羊藿苷计算,见表 2。

表 2 骨宝听肾片中总黄酮含量测定结果

批号	总黄酮含量 (%)
20010817	25.1
20010820	24.1
20010826	23.7

3 讨论

本方法试验结果准确,简单快速,适于对骨宝听肾片进行有效的质量控制。

本供试品为薄膜衣片,在含量测定中,需剥去薄膜衣,否则影响含量测定。供试品溶液的制备过程中,超声处理 10~ 50 min,测得含量基本一致,故采用超声处理 15 min,即可。

由于黄酮苷类成分易溶于 70% 乙醇,故用 70% 乙醇进行超声提取,为了减少水溶性杂质的干扰,采用大孔树脂进一步精制的方法,从加样回收率来看,结果可靠。

[参考文献]

[1] 黄桂芳,罗杰英. HPLC 法和 UV 法测定复方五味子颗粒剂中淫羊藿甙和总黄酮含量[J]. 中草药, 1996, 27 (9): 526.

[2] 杨红,黄卫平,吴厚勇. 紫外分光光度法测定益寿胶囊中淫羊藿总黄酮的含量[J]. 时珍国医国药, 2004, 15 (2): 84.