

## 红茴香注射液总黄酮的含量测定

浙江省开化县泰康制药厂 王 苏

**提要** 以芦丁为对照品, 硝酸铝法显色, 用分光光度法在500 nm处测定红茴香注射液总黄酮的含量。实验结果表明, 用本法测定迅速, 样品色泽对测定无干扰, 重现性、回收率均较好。

**关键词** 红茴香注射液 总黄酮 分光光度法

红茴香注射液系用木兰科八角属被针叶茴香 (*Illicium lanceolatum* A. C. Smith) 的根皮, 经乙醇提取制成的灭菌水溶液。主要用于腰肌劳损, 关节或肌肉韧带伤痛及风湿痛等症。其根皮的主要成份有: 黄酮、萜醌、鞣质、有机酸和挥发油等。据文献报道, 具有某些结构的黄酮甙对与关节痛有关的黄嘌呤氧化酶有抑制活性<sup>[1]</sup>。而某些结构的黄酮化合物对细胞内游离的花生四烯酸的代谢途径的环氧化酶<sup>[2][3][4]</sup>及脂氧化酶<sup>[5]</sup>有不同程度的抑制作用。《浙江省药品标准》中亦将红茴香注射液黄酮的定性检出作为鉴别的主要依据<sup>[6]</sup>。因此, 红茴香根皮中的有效成份虽然复杂, 各种成份可能协同起作用, 但控制了黄酮的含量, 其它有效成份也相应地得到了控制, 为此我们将注射液中总黄酮含量作为有效成份的代表来进行测定。

### 实验部分

#### 一、仪器与试剂

1. 仪器: UV-240(日本岛津); 751G型分光光度计(上海分析仪器厂)。

2. 试剂: 对照品芦丁(上海黄河制药厂提供, 经重结晶处理); 红茴香注射液(浙江开化泰康制药厂提供); 其他试剂均为分析

纯规格。

#### 二、实验方法

1. 比色方法选择: 黄酮类的比色测定, 一般有硝酸铝和三氯化铝两种方法。部颁药品标准芦丁片<sup>[7]</sup>及文献<sup>[8][9]</sup>都有记载。我们采用硝酸铝法进行测定。

2. 测定波长的选择: 将芦丁对照液及红茴香注射液配成适当浓度, 用试剂作空白, 在200~700 nm范围扫描, 见图1。另取同样浓度的芦丁和红茴香注射液加入显色剂(方法见芦丁对照品标准曲线的制备), 在相同波长范围扫描, 见图2。从图1可见未加显色剂时在450~700 nm区均无最大吸收, 且与基线几乎重合, 表明在此波长范围它们本身的色泽对测定无干扰; 在200~450 nm区芦丁和红茴香的最大吸收峰位置不同。从图2可见加显色剂后芦丁对照液和红茴香注射液分别在510 nm与500 nm处各有一吸收峰。在200~400 nm区峰形不规则。另外红茴香注射液中含有吐温-80, 将适当浓度的吐温加显色剂后也在200~700 nm区扫描, 从图2可见在400~700 nm区与基线几乎重合, 说明没有干扰。为此我们选择了500 nm为红茴香注射液的测定波长。而芦丁对照液的吸收峰虽在510 nm处, 因为在500 nm处的吸收度与510 nm处的吸收度相

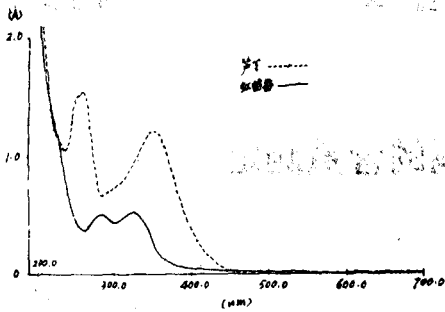


图 1

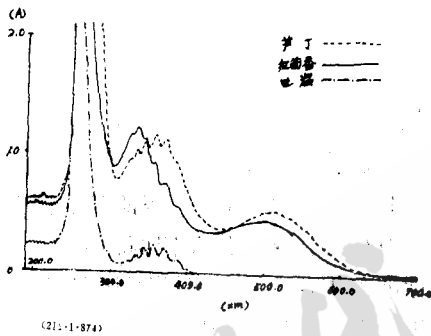


图 2

差很小，为减小样品间的误差，我们将芦丁对照液的测定波长亦定在500 nm处。

3. 芦丁对照品标准曲线的制备：精密称取芦丁(120℃干燥至恒重)约30 mg，置100 ml量瓶中，加60%乙醇稀释至刻度，摇匀。精密吸取25 ml置50 ml量瓶中用蒸馏水稀释至刻度。

精密吸取上述芦丁对照液0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ml分别置于10 ml量瓶中，各加30%乙醇使成5 ml。精密加5%亚硝酸钠溶液0.3 ml，摇匀，放置6 min，加10%硝酸铝溶液0.3 ml，摇匀，放置6 min，加4%氢氧化钠溶液4 ml，用水稀释至刻度。在500 nm处测定吸收度绘制标准曲线。根据对照液的各种浓度(C)与测得的吸收度(A)，得回归方程： $c = 0.0889A - 0.000248$ ， $r = 0.9998$ 。

4. 红茴香注射液的测定：精密量取红茴香注射液1 ml于25 ml量瓶中，用30%乙醇稀释至刻度，摇匀，再吸取1 ml于10 ml量瓶中加30%乙醇4 ml，同上法显色，于500 nm处测定吸收度；从标准曲线谱中读出供试量中无水芦丁的含量，见表1。

表 1 红茴香注射液总黄酮测定

注射液批号	871123	870716	870827	871214	880225
吸收度(A)	0.399	0.426	0.436	0.421	0.399
含总黄酮量 (以无水芦丁 计mg/ml)	8.806	9.406	9.628	9.295	8.806

5. 回收率试验：精密吸取各样品液1 ml，同前法测定A值，求出总黄酮量，再加入芦丁对照液1 ml，测得混合吸收度，求出总黄酮量，计算回收率，见表2。

表 2 回收率试验

编 号	样品总黄酮量 (mg)	芦丁加入量 (mg)	混合总黄酮量 (mg)	回 收 率 (%)
注射液 1	0.0352	0.01595	0.0511	99.69
注射液 2	0.0376	0.01595	0.0531	97.18
注射液 3	0.0385	0.01595	0.0543	99.06
注射液 4	0.0372	0.01595	0.0539	104.70
注射液 5	0.0352	0.01595	0.0522	106.58
注射液 6	0.0348	0.0309	0.0646	96.44
注射液 7	0.0364	0.0309	0.0669	98.71
注射液 8	0.0327	0.0309	0.0639	100.97

$$\text{回收率}(\%) = \frac{\text{混合-样品}}{\text{芦丁加入量}}$$

回收率平均值(n=8) 100.42%，变异系

数(CV)3.54%。

6. 稳定性试验：取样品液和芦丁对照液在不同时间内测定A值，结果见表3。

表3 稳定性试验

时 间 (min)	即 测	5	10	15	20	25	30	40
注 射 液	0.392	0.392	0.388	0.382	0.374	0.370	0.367	0.354
芦 丁 液	0.350	0.350	0.350	0.350	0.350	0.350	0.350	0.349

7. 重现性：取同一批号的红茴香注射液，配成不同浓度，测定A值，求出总黄酮含量，见表4。

表4 重现性试验

注射液浓度	1/100	1/50	1/25	1/10
A 值	0.108	0.215	0.421	1.060
含总黄酮量 (以无水芦丁计 mg/ml)	9.353	9.433	9.295	9.400

黄酮量平均值  $\bar{x}$  = 9.370，标准差  $S_x$  = 0.060，变异系数 CV = 0.64%。

## 讨 论

一、从稳定性试验看出，用硝酸铝法显色，芦丁的A值的稳定时间在30分钟左右，红茴香样品的A值在5分钟左右，因此样品显色后应立即进行测定。

二、本文介绍的分光光度法测定红茴香

注射液中总黄酮的含量，具有简便、迅速，样品色泽及吐温对测定无干扰的优点，重现性、回收率均较好。可为改进红茴香注射液质量标准提供参考。

## 参 考 文 献

- [1] 佐久山岛明世等，日本药学会第106次年会论文集
- [2] Baumann J et al: Naunyn-Schmiedeberg's Arch Pharmacol, 1979, 306:85
- [3] Baumann J et al: Arch Pharm, 1980, 313:330
- [4] Wurm G et al: Arzneim-Forsch 1981, 31(10):1673
- [5] Baumann J et al: Prostaglandins 1980, 26(4):627
- [6] 浙江省药品标准，1983年版，120
- [7] 卫生部药品标准，1963年版，127
- [8] 南京药学院药物分析教研室：药物分析，第1版，江苏科学技术出版社，1981，697
- [9] 姚蕴英等，西北药学杂志，1987，2(4):3

致谢 本文承上海医药职工大学谢德隆老师指导。