

· 药物分析与检验 ·

金莲花冲剂中总黄酮的含量测定

凌俊英 赵志军 (河北省药检所, 石家庄 050011)

金莲花冲剂系毛茛科植物金莲花 *Trollius chinensis* Bge 的干燥花, 经水煎提取制备而成。具清热解毒之功效, 主要用于上呼吸道感染, 咽炎, 扁桃体炎等^[1,2]。主要化学成分为茛菪草甙、牡荆甙等黄酮类化合物^[3]。其含量测定方法已报导的仅有紫外分光光度法^[4]。但目前尚无茛菪草甙、牡荆甙单体对照品提供使用, 无法进行测定。为了控制产品内在质量, 保证生产投料的准确性及临床用药的有效性, 本文采用以芦丁计的比色法, 对金莲花冲剂中总黄酮的含量进行了测定。结果表明, 本法简便可靠。为控制产品质量提供了可行依据。

1 实验条件

UV-365 紫外分光光度计, 芦丁对照品(中国药品生物制品检定所提供)。实验样品(河北省承德地区制药厂提供)。所用试剂均为 AR 级。

2 实验方法及结果

2.1 对照品溶液的制备: 精密称取120°C减压干燥至恒重的芦丁对照品25 mg, 置50 ml 量瓶中, 加60%乙醇定容至刻度, 摇匀, 精密量取25 ml, 置50 ml 量瓶中, 加水至刻度摇匀即得(每1 ml 含无水芦丁0.25 mg)。

2.2 供试品溶液的制备: 取供试品研细, 精密称取2 g, 置100 ml 量瓶中, 加60%乙醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液25 ml, 置50 ml 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。

精密量取对照品溶液和供试品溶液各4 ml, 分别置25 ml 量瓶中, 加30%乙醇2 ml, 摇匀, 加6%亚硝酸钠溶液1 ml, 摇匀, 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30%乙醇至刻度, 摇匀, 放置15 min, 于500 nm 波长处测定吸收度, 计算含量。

2.3 样品测定: 取样品9批, 按上述方法进行含

量测定, 含量最低为2.4%, 最高为3.3%。(结果见表1)。

表1 样品测定结果

批号	含量(%)(以芦丁计)
890213	3.10
890217	3.30
890220	3.27
910415	2.55
910417	2.40
910420	2.49
910001	2.57
910002	2.58
910003	2.53

注: 表中含量为两次测定平均值

3 测定条件的确定

3.1 测定波长的确定: 取一定量芦丁对照品和金莲花冲剂, 按上述测定方法显色后, 于600~300 nm 波长间扫描, 结果表明, 两者均在500 nm 波长处有最大吸收。故将测定波长定为500 nm。

3.2 线性关系考察: 精密量取芦丁对照品溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ml, 按上述测定方法进行测定, 结果表明, 芦丁对照品在0.25~1.25 mg 范围内为一通过原点的直线, 相关系数为0.9999, 回归方程为 $y = 0.1201x + 0.0021$ 。

3.3 比色稳定性考察: 取芦丁对照品和金莲花冲剂样品, 依法显色后每隔10 min 测定一次吸收度, 结果表明, 芦丁对照品在1小时内稳定性良好, RSD为1.5%, 金莲花冲剂在显色15~30 min 之间稳定性较好, RSD为2.1%。其吸收值随放置时延长而减弱, 亦表明, 本品应在显色放置15 min 后尽快测定。

3.4 加样回收率试验: 准确称取已知含量的金莲

花冲剂 1 g 五份, 分别加入一定量的芦丁对照品, 依法进行测定, 平均回收率为 99.2%, RSD 为 0.57% (结果见表 2)。

表 2 回收率测定结果

编号	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	RSD (%)
1	18.7	18.4	98.4	0.57
2	15.4	15.3	99.4	
3	13.1	13.1	100.0	
4	13.9	13.5	99.1	
5	25.5	25.3	99.2	
平均			99.2	

4 讨论

4.1 对于芦丁对照品的干燥方法, 目前应用较多的有 120°C 减压干燥、120°C 干燥或不干燥, 本实验中对芦丁的几种干燥条件进行了比较, 其结果表明,

120°C 减压或 105°C 常压干燥显色稳定性较好。

4.2 根据线性关系考察结果, 芦丁对照品得一接近原点的直线, 为了简化操作, 对样品采用外标一点法进行了测定, 经与标准曲线法比较, 结果基本一致。

4.3 显色稳定性试验结果表明, 金莲花冲剂显色稳定时间较短, 这可能和样品中黄酮类化合物纯度等诸多因素有关, 因此, 本品测定时应在显色放置 15min 后尽快测定。

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院编《中草大辞典》1977。
- 2 河北省药品标准(1985年版)。
- 3 康少文. 金莲花化学成分的研究, 中草药, 1984; 15(6) 7。
- 4 李守拙等. 金莲花片中总黄酮甙含量测定. 中成药研究, 1988(4): 15。

收稿日期: 1995-02-07