

胃怡胶囊中总黄酮的含量测定

张汉明 李茂星*

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 本文以芦丁作为标准,用二氯氧锆($ZrOCl_2$)比色法测定了胃怡胶囊中蜂胶等药材的总黄酮含量,结果满意。同时也对不同提取时间,不同保存条件下的提取液进行了实验比较,结果表明:回流提取1~2小时,避光保存为好。

关键词 总黄酮;含量测定;胃怡胶囊

胃怡胶囊是一种以珍珠粉及蜂胶为主要成分的新型胃药,临床应用表明它对治疗胃及十二指肠溃疡等有较好疗效。蜂胶中含约2%的黄酮,为主要抗菌成分之一^[1,2],本实验采用分光光度法测定了四批样品中总黄酮的含量,并建立了该产品的质量控制方法。

一、实验材料

(一)仪器 721 分光光度计,上海第三分析仪器厂;UV-265FW 紫外分光光度计,岛津公司。

(二)试剂 芦丁对照品,中国药品生物制品检定所;其它试剂均为 AR 级。

二、实验条件的选择

(一)显色剂的选择 黄酮类化合物的测定,在生产单位一般都采用碱性条件下硝酸铝-亚硝酸钠比色法^[3],但由于蜂胶中含有多种多元酚性物质,分离困难,干扰较大,测定中吸收度极不稳定。经多次摸索,本实验最终采用在醋酸-醋酸钠缓冲条件下以二氯氧锆显色^[4],吸收度很稳定。

(二)最大吸收波长的选择 分别取经二氯氧锆显色后的芦丁对照液,胃怡胶囊提取液及空白液各 5ml(显色方法见标准曲线下),以空白液作空白,用 UV-265 型分光光

度计于 200~500nm 波长间进行扫描,确定 380nm 为最佳测定波长。

(三)吸收度稳定性的考察

1. 对时间的稳定性 对照品和样品显色后,通过测定放置不同时间的吸收度,表明吸收度在 30min 内保持稳定,见表 1。

表 1 显色后不同时间的吸收度

组别	时 间 (min)				
	0	10	20	30	40
对照品	0.050	0.050	0.050	0.050	0.051
样 品	0.220	0.220	0.220	0.221	0.223

2. 样品空白吸收度对光线的稳定性

通过测定刚提取出的样品空白液在避光与不避光两种情况下的吸收度,表明光线对样品空白吸收度有较大影响,见表 2。所以实验中应避光保存。

表 2 不同光线条件样品空白吸收度

保存条件	时 间 (h)				
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0
避光	0.091	0.091	0.091	0.091	0.092
不避光	0.091	0.091	0.092	0.098	0.101

三、标准曲线的制作

(一)标准液的制备 取芦丁对照品于 120℃ 干燥至恒重,精密称取 20.2mg 置 100ml 量瓶中,加 60%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 25ml,置 50ml 量瓶中,用

* 本校 91 年级实习学员

60%乙醇定容,摇匀即得。每1ml含无水芦丁0.101mg。

(二)标准曲线的绘制 精密量取标准溶液0.0,0.5,1.0,1.5,2.0ml,分别置于10ml量瓶中。各加入1ml 2mol/L的醋酸-醋酸钠缓冲液(3:1),再各加入1ml 3%的ZrOCl₂溶液,用60%乙醇定容。用721型分光光度计在380nm波长处测吸收度,绘制标准曲线(见图1),得回归方程为: $A=7.15C+0.016$ (C为标准液芦丁的浓度 $\mu\text{g/ml}$), $r=0.9994$, $n=5$ 。浓度小于25.25 $\mu\text{g/ml}$ 范围内符合Beer定律。

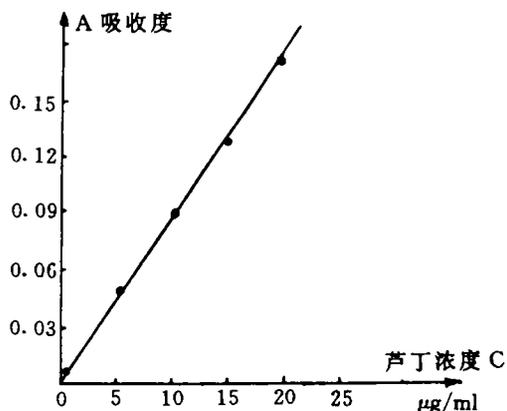


图1 标准曲线的绘制

四、提取时间的选择 黄酮类化合物大多数易溶于乙醇溶液,本实验用60%乙醇从样品中回流提取黄酮,根据提取时间和所求得的总黄酮含量作图,可知提取时间在1小时至2小时之间的提取率无显著差异。因此可以认为本实验的最佳提取时间为回流1小时。(见图2)

五、样品中含量的测定 取样品约510mg于250ml圆底烧瓶中,加入60%乙醇50ml,在80℃水浴中回流1小时,冷却,过滤到100ml量瓶中。用60%乙醇洗涤残渣3

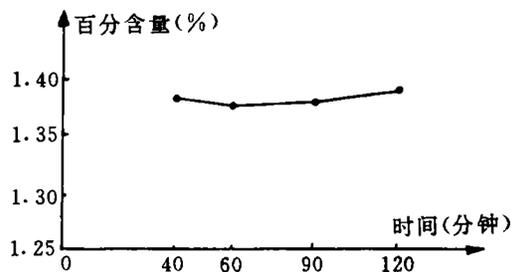


图2 提取时间对提取率的影响

~4次,然后用60%乙醇定容。各取1ml于两只10ml量瓶中,分别加入1ml 2mol/L的醋酸-醋酸钠缓冲液,一只加入1ml 3%二氯氧锆,另一只不加(作空白),用60%乙醇定容,测吸收度。结果见表3。

表3 样品中总黄酮测定结果

组号	样品重量 (mg)	样品 A 值	空白 A 值	黄酮含量 (mg/g)	平均含量 (mg/g)	CV%
1	515.0	0.220	0.101	27.98	28.08	0.466
2	520.4	0.210	0.090	27.96		
3	516.0	0.202	0.082	28.19		
4	506.0	0.208	0.089	28.20		

六、小结 根据对4批胃怡胶囊的测定,可知其中总黄酮含量在27.96~28.20mg/g之间, CV=0.466%。可见用二氯氧锆显色法测胃怡胶囊中总黄酮含量是可行的。本方法稳定可靠,简单易行,完全可以用于胃怡胶囊在生产上的质量控制。

致谢 本文孔庆洪教授审阅,谨此致谢!

参考文献

- [1]乔智胜. 关于蜂胶商品等级的质量初步探讨. 中药通报, 1986; 11(1): 44
- [2]Lejeune B, et al. Parfumus Comet aromes 1984; 56:65
- [3]沙世炎等主编. 中草药有效成分分析法. 上册. 北京: 人民卫生出版社, 1982: 232
- [4]Tamas M. stud cercet Biochi, 1979; 22(2): 207