

分光光度法测定桑椹口服液中总黄酮的含量^{*}

★ 张媛 王晓杨 张志琴 (浙江省金华职业技术学院医学院 金华 321016)

摘要:目的:建立桑椹口服液中总黄酮含量的测定方法。方法:采用紫外分光光度法,以无水乙醇为溶剂,芦丁为标准品,检测波长为 257 nm。结果:芦丁浓度在 2.2~22 mg/ml 范围内,与吸收度呈良好的线性关系。回归方程为 $A = 0.03639 \times C - 0.0085$, $r = 0.9999$ ($n = 6$)。结论:该方法简便、灵敏、可靠,可用于控制桑椹口服液的质量。

关键词:桑椹口服液;黄酮;芦丁;紫外分光光度法

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

桑椹口服液是桑科桑属植物成熟果实桑椹,经提取、净化处理后,得到的口服液体剂。药理试验证明桑椹口服液具有降脂和减轻神经衰弱、动脉硬化等功效,为了控制该产品的质量,本文对桑椹口服液中含有的生物类黄酮进行了测定,并用薄层色谱法进行了定性鉴别。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 紫外分光光度仪 SP-2102UVPC 方正计算机及处理系统,上海光谱仪器有限公司, KQ 型超声波清洗器, FA-1004 分析天平(上海精科天平厂)。

1.2 试剂 无水乙醇,分析纯,水为超纯化水,芦丁金华市药检所提供,桑椹口服液为金华职业技术学院医学院中药研究所提供。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备 精密吸取桑椹口服液 5 ml,置 50 ml 烧瓶中,加无水乙醇 40 ml 回流提取 2 小时,定量转移至 50 ml 容量瓶中,用无水乙醇洗涤烧瓶,洗涤液转移至容量瓶中至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 1 ml 置于干燥的 10 ml 容量瓶中,用无水乙醇定溶至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.2 芦丁对照品溶液的配制 精密称取干燥至恒重的芦丁标准品 2.2 mg,置于干燥的 10 ml 容量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,得 0.22 mg/ml 芦丁对照品储备溶液。

2.3 线性关系的考察 精密吸取芦丁对照品溶液 0.10, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 ml, 分别置 10 ml 容量瓶中,各加入无水乙醇稀释至刻度,摇匀,以无水乙醇为空白,于波长 257 nm 处测定吸光度^[2],

测定 3 次。以浓度($\mu\text{g/ml}$)为横坐标,吸光度值为纵坐标作图。结果表明在 2.21~22 $\mu\text{g/ml}$ 之间线性关系良好,标准曲线的回归方程为 $A = 0.03639C - 0.0085$, $r = 0.9999$ ($n = 6$)。

2.4 精密度实验 精密吸取芦丁对照品溶液,按线性关系项下方法操作,测试仪器精密度,连续重复测定 5 次, RSD 为 0.76%。

2.5 重复性考察 精密吸取桑椹口服液 5 ml,按 2.1 项下的方法制备供试品溶液,于波长 257 nm 处测定吸收度,代入标准曲线计算,得出桑椹口服液中芦丁含量。该批样品芦丁含量为 120.5 mg, RSD 为 1.90%。

2.6 加样回收率实验 取已知含量的桑椹口服液 5 ml,加入一定量芦丁对照品,按 2.1 项下的方法处理得到供试品溶液,用无水乙醇做空白,在 257 nm 处测定吸光度 A,由回归方程计算出芦丁的回收率,结果见表 1。得平均回收率 99.72%, RSD 为 2.19%。

表 1 加样回收率实验

编号	芦丁加入量 /mg	芦丁测得量 /mg	吸收度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	1.150	1.113	0.511	96.78	99.72	2.19
2	1.150	1.140	0.513	99.17		
3	1.740	1.781	0.560	102.36		
4	1.740	1.732	0.556	99.54		
5	2.350	2.310	0.598	98.29		
6	2.350	2.401	0.604	102.17		

2.7 稳定性试验 精密吸取芦丁对照品溶液,按线性关系考察项下方法操作,隔一定时间测定一次吸光度。结果表明,在 6 小时之内,吸收度值变化不明

* 金华市科技局项目 项目编号 2007-3-055

石菖蒲所含物质成分的极性分析*

★ 曹新民¹ 张南² 李昌煜² (1. 浙江省富阳市中医院 富阳 310020; 2. 浙江中医药大学药学院 杭州 310053)

摘要:目的:研究不同极性物质成分在石菖蒲全药中所占比例,明确极性较大的水溶性物质在该药中的含量。方法:水蒸气蒸馏法提取挥发油,系统溶剂法制备不同极性大小的提取物,计算个组分得率。结果:石菖蒲的化学成分中极性大的物质居多,水提物得率最高。脂溶性高的物质相对较少。结论:临床上采用汤剂的给药形式,能最大量的获取石菖蒲药材中的物质。

关键词:石菖蒲;极性;系统溶剂法

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**B

石菖蒲为天南星科多年生草本植物石菖蒲(*Acorus tatarinowii* Schott)的干燥根茎,既能芳香化湿、醒脾健胃,又可化浊祛痰、开窍宁神,是芳香宁神、涤痰开窍之要药^[1]。可用于治疗痰浊蒙蔽心窍

显,RSD值小于1.2%。

2.8 样品含量测定 取三批桑椹口服液样品,按2.1项下的方法制备样品溶液,按照线性关系考察项下方法测定样品,根据回归方程,得出样品中所含芦丁的量,结果见表2。

表2 三批桑椹口服液中芦丁的含量($n=3$)/ $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$

编号	含量	平均含量	RSD(%)
1	1.205		
2	1.189	1.206	1.75
3	1.224		

2.9 桑椹口服液中芦丁的定性鉴别 吸取桑椹口服液适量,置50 ml烧瓶中,加无水乙醇适量回流提取2小时,回收乙醇,并将样品溶液在水浴上蒸干,加甲醇适量溶解,得样品溶液。取芦丁标准品适量,加甲醇适量溶解得对照品溶液。将上述两种溶液分别用毛细管在聚酰胺薄层板上点样,以75%的乙醇为展开剂,上行展开至适当距离,取出,晾干,用浓硫酸显色,样品在芦丁标准品的相应位置,显相同颜色的斑点。

3 讨论

(1)芦丁为桑椹口服液中重要的活性物质,本文采用紫外分光光度法以芦丁为标准品,检测波长为257 nm,测定桑椹口服液中总黄酮类化合物的含

而致的癫病等证,即包括西医抑郁症在内等精神疾患。现代药理学研究也证实石菖蒲具有广泛中枢神经系统药理作用^[2,3]。多年来,人们认为石菖蒲的主要有效成分是挥发油,故对其研究主要集中在挥

量,实验数据重现性好,加样回收率高,相对偏差小,采用聚酰胺薄层色谱法对口服液中的芦丁进行了定性鉴别,故该方法可作为桑椹口服液的质量评价方法之一。

(2)黄酮类化合物具有特定的紫外吸收带,其结构中的肉桂酰环产生的I带在300~400 nm内,而由苯甲酰环产生的II带在240~285 nm内,不同的黄酮在这两个吸收带的吸收强度不同。含黄酮类化合物的原料经一定的方法提取纯化后,可直接于最大吸收波长处测定其吸收度,以芦丁为对照品计算其含量,本实验选择芦丁在II带的最大吸收波长257 nm作为紫外分光光度法的测定波长。

(3)文献报道,采用硝酸铝(氯化铝)比色法来测定芦丁的含量,但该法的测定易受杂质干扰,定量测定误差大^[1,2],本文尝试采用紫外分光光度法测定芦丁的含量,方法简单、快速、准确、重现性好,可用于控制桑椹口服液的质量。

参考文献

- [1] 邓胜国,邓泽元,范亚苇.紫外分光光度法测定荷叶总黄酮含量[J].南昌大学学报(理科版),2008,2(32):148-150.
- [2] 邓斌,蒋刚彪,黄红英,等.分光光度法测定夏枯草中总黄酮含量[J].时珍国医国药,2008,7(19):1608-1609.

(收稿日期:2009-01-11 责任编辑:曹征)

* 项目资助:浙江省科技厅面上科研项目,编号:2007C23021