

试品溶液在 2 h 内基本无变化。

2.7 回收率试验: 精密吸取已知含量的芪黄口服液 5 份, 每份 1 mL, 分别精密加入黄芪甲苷对照品溶液(1 mg/mL) 1 mL, 依法测定, 计算回收率。结果平均回收率为 96.32%, RSD = 1.12% ($n = 5$)。

2.8 样品的测定: 精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 4 μ L, 分别交叉点于同一硅胶 G 板, 测定, 结果批号 1, 2, 3, 4, 5 样品中黄芪甲苷含量分别为 1.32, 1.43, 1.36, 1.38, 1.40 mg/mL ($n = 3$)。

3 讨论

为了有效地提取黄芪甲苷, 曾选用氯仿-甲醇(1:1)、水饱和正丁醇等溶剂提取, 通过大孔吸附树脂、中性氧化铝柱及中性氧化铝-活性炭柱处理, 结果均不理想。因黄芪中所含黄芪皂苷有多种, 其中几种与黄芪甲苷有相同的母核结构, 经选用氯仿-正丁醇(2:1)萃取后, 再用 2% 氢氧化钾甲醇溶液皂化处理, 薄层色谱斑点清晰, 消除了一般皂苷成分在薄层扫描测定时常见的干扰现象, 重现性好。

一阶导数法测定消炎颗粒中黄芩苷的含量

王雷¹, 寇欣¹, 杨新建¹, 徐永庆², 张喆^{*}

(1. 天津市长征医院, 天津 300021; 2. 天津市中医药研究院, 天津 300020)

消炎颗粒是我国著名皮肤病专家边天羽教授的经验方, 由黄芩、黄连、黄柏、栀子等组成, 临床用于消热解毒, 治疗各种炎性皮肤病, 尤其是辨证治疗痤疮, 疗效显著。黄芩为主药, 具有抗炎、抗过敏等作用。为了更好的控制制剂的质量, 本实验建立了黄芩苷含量测定的方法。

1 仪器与试剂

HP-8453 紫外分光光度计(美国); 黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 消炎颗粒由本院制剂室提供, 试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 精取干燥至恒重的黄芩苷对照品 10.0 mg, 置 100 mL 量瓶中, 甲醇溶解, 并加至刻度, 摇匀。吸取 0.4, 1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 备用。

2.2 供试品溶液的制备: 精密称取颗粒剂粉末 3 g, 加入甲醇 50 mL, 超声 10 min, 滤过, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。用微量取样器吸取 50 μ L 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 备用。

2.3 空白溶液的制备: 按处方比例称取除去黄芩的其他药材, 依照供试品溶液制备方法操作, 即得。

2.4 光谱曲线的测绘: 取上述 3 种溶液分别用 HP-8453 紫外分光光度计于 220~400 nm 波长测定各自的零阶导数光谱和一阶导数光谱。结果在一阶导数光谱中, 供试品溶液和黄芩苷对照品溶液在

262 和 291 nm 波长处有最大和最小吸收, 空白液在 240~400 nm 与基线重合, 对测定无干扰, 故 262 nm 波长处的振幅可作为定量信息。

2.5 标准曲线的绘制: 取 2.1 项下各对照品溶液, 以甲醇为空白, 于 262 nm 波长处测定振幅 D_{262} , 并以 D_{262} 值对浓度 C 绘制标准曲线。结果黄芩苷在 5~40 μ g/mL 与振幅呈良好的线性关系, 其回归方程为 $C = 423.44 D_{262} + 0.2291$, $r = 0.9998$ 。

2.6 稳定性试验: 取 10 μ g/mL 黄芩苷对照品溶液, 于 0, 2, 4, 6, 8, 24 h 测定振幅, 结果表明 24 h 内几乎不变, RSD 为 0.42%。

2.7 重现性试验: 取同一批号样品 6 份, 制备供试品溶液, 测定其振幅值, 结果其 RSD 为 0.98%。

2.8 回收率试验: 取已知黄芩苷含量的消炎颗粒(含黄芩苷约 33 mg/g), 加黄芩苷对照品适量, 于 262 nm 波长处测定振幅, 代入回归方程。结果平均回收率为 99.01%, RSD 为 0.80%。

2.9 样品的测定: 制备供试品溶液, 依上法测定, 并计算含量。结果批号为 2002060204, 2002081803, 2002081904 样品中黄芩苷含量分别为 5.98, 5.20, 6.39 mg/g。

3 讨论

采用一阶导数法测定消炎颗粒中黄芩苷的含量, 可以不经过复杂的分离提取, 同时消除其他药物和辅料的影响, 因此方法简便、快速可靠。