

表 4 各组方溶液的 pH 值
Table 4 pH Value in different decoctions

试验号	配 伍	pH 值
1	甘草+麻黄+杏仁+石膏	6.26
2	甘草+麻黄+杏仁	6.19
3	甘草+麻黄+石膏	6.22
4	甘草+麻黄	6.26
5	甘草+杏仁+石膏	6.77
6	甘草+杏仁	6.89
7	甘草+石膏	7.05
8	甘草	7.15

3 讨论

从方差分析可以看出,麻黄和石膏对甘草酸的量影响差异具有显著性,两两交互作用的影响没有显著性;表 2 也显示,杏仁降低了甘草酸的量,但影响不显著。单味甘草水煎液中甘草酸的量最高,共煎药液中甘草酸的量最低。是否由于甘草酸与麻黄碱形成了复合物,是否由于甘草酸与石膏中金属离子形成络合物而导致甘草酸的量降低,有待于进一步证实。各组药液的 pH 值的变化对甘草酸量的影响不大。

共煎药液中甘草酸的量比单味甘草水煎液中的

低,并不意味着配伍后药效一定比单味的药效低。中医方剂的疗效是方中各化学成分之间相互作用的综合效果,当方中协同作用所起的功能占主导地位时,即使有效成分的量降低了,仍会增强疗效,仍有相辅相成的作用。麻黄碱、甘草酸与石膏中的 Cu^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Mn^{2+} 离子形成络合物,可使家兔退热,而单用麻黄碱或甘草酸则无退热效果^[5]。提示全方的配伍才能发挥药效作用。

References:

- [1] Gao Z Q, Yu J R, Wang L, et al. Effect of monoammonium glycyrrhetate on peritoneal adhesions and VEGF and bFGF in rat [J]. *Pharmacol Clin Chin Mater Med* (中药药理与临床), 2005, 21(2): 12-14.
- [2] Zou L Y, Wu T, Cui L. Effect of glycyrrhizin on CCl_4 -induced liver cirrhosis and bone loss in mice [J]. *Chin Pharmacol Bull* (中国药理学通报), 2002, 18(4): 437-441.
- [3] Wu X M, Lu J, Li B R, et al. Therapeutic effects of epimeric glycyrrhizic acids on hepatic injury in rats [J]. *Acta Pharmacol Sin* (中国药理学报), 1992, 13(4): 370-374.
- [4] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol I. 2005.
- [5] Chen Q H, Wu B F, Cui W J. Studies on traditional Chinese medicinal prescription Maxing Shigan Tang by bio-coordination chemistry [J]. *J Chin Pharm Sci* (中国药科学:英文版), 1993, 2(1): 85-87.

FIA-UV 法测定固骨缓释胶囊中总黄酮

王 允¹, 刘 毅¹, 付超美², 姚 干¹

(1. 重庆邮电大学, 重庆 400065; 2. 成都中医药大学, 四川 成都 610075)

固骨缓释胶囊是由淫羊藿和骨碎补经提取纯化有效部位制成的复方口服缓释制剂,主要用于骨质疏松症的治疗。总黄酮为主要活性部位。淫羊藿中总黄酮的测定方法有紫外分光光度法、高效液相色谱法等^[1]。流动注射分析法(flow injection analysis, FIA)是在连续流动分析技术(continuous flow analysis)基础上发展起来的一种新的溶液连续流动分析技术。因此本实验将流动注射分析与紫外分光光度法联用,对固骨缓释胶囊中总黄酮进行了测定,结果具有自动化程度高、分析速度快、设备和操作简单,通用性强,试剂消耗量少等优点^[2]。

1 仪器和试剂

752 型紫外光栅分光光度计(山东高密彩虹分

析仪器有限公司);FLW-1 型 FIA 分析仪(自制);HP3390A 自动积分记录仪,ILLIQ 纯水机(大迈仪器上海有限公司);SHZ-C 型循环水式多用真空泵(巩义市英欲予华仪器厂);SENCR520B 旋转蒸发器(上海申生科技有限公司),Sartorius CP224S 电子天平。

淫羊藿苷对照品(批号 0737-200111,供定量测定用,经 HPLC 法测得质量分数为 100%)由中国药品生物制品检定所提供;固骨缓释胶囊由重庆邮大学生物信息学院现代中药教研室提供,0.25 g/粒;其他试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取淫羊藿苷 1 mg,

收稿日期:2006-08-03

基金项目:重庆邮电大学基金资助项目(A2005-23)

作者简介:王 允(1973—),男,四川阆中人,讲师,硕士,主要研究方向为中药有效部位的提取分离及检测技术,中药新剂型研究、中药剂型改革、中药新药研究。 Tel: (023)62461248 E-mail:wy731224@sohu.com

置 100 mL 量瓶中,用少量甲醇使之溶解,再加水至刻度,配成质量浓度为 0.010 mg/mL 的储备液,分析时用水逐级稀释至所需质量浓度。

2.2 供试品溶液的制备:精密称取胶囊内容物 15 mg,超声频率为 40 Hz,室温,70%乙醇提取 1 次,提取时间 45 min,回收乙醇,浸膏置 100 mL 量瓶中,用少量甲醇使之溶解,再加水至刻度,即得。

2.3 显色剂溶液的制备^[3]:准确称取三氯化铝 3 g,置 100 mL 量瓶中,加水至刻度,即得。

2.4 实验操作方法:反应盘管长度 90 cm,注样体积 50 μ L,显色剂流量为 3.2 mL/min,测定速率为 168 次/h,进样和注样时间分别为 30 s。按 FIA 流路安装仪器,启动蠕动泵,再启动分光光度计,预热 10 min。显色剂溶液通入流路中,待基线稳定后注入对照品溶液或供试品溶液进行测定。

2.5 最大吸收波长的确定^[4]:在 380~460 nm 波长间隔 5 nm 连续改变波长,分别注入同一淫羊藿苷对照品溶液和供试品溶液,得到不同波长下的吸收峰,结果在 413 nm 处两者的吸收最大,故选择 413 nm 作为测定波长。

2.6 干扰试验:对一些常见无机离子和某些有机物的干扰情况进行了考察,结果淫羊藿苷质量浓度为 0.011 μ g/mL 时,在误差允许的 5% 范围内,同倍 Fe^{3+} 、 Hg^{2+} 、 Ag^{+} 、5 倍的 Ca^{2+} ,6 倍的 Zn^{2+} 和 3 倍淀粉均不影响总黄酮的测定结果。

2.7 线性关系考察:向 FIA 流路中分别注入不同质量浓度淫羊藿苷对照品溶液,测定吸光度值。结果表明,总黄酮(以淫羊藿苷计)质量浓度在 0.050~0.250 mg/mL 与吸光度的线性关系良好,线性方程为 $C=21.9134A-2.3732$, $r=0.9997$ 。

2.8 精密度试验:对批号 050308 的供试品溶液重复进样 5 次,测定吸光度值,计算得其 RSD 为 1.85%。

2.9 稳定性试验:在仪器开机并稳定后,于 15、30、45、60、75、90、120、150、180、200 min 对同一份供试品(批号 050308)溶液进行测定,计算得其平均吸光度值为 0.232,RSD 为 0.48%。

2.10 重现性试验:取样品(批号 050308)6 份,制备供试品溶液,进样测定,计算,结果总黄酮的质量分为 2.579 mg/mL,RSD 为 0.82%。

2.11 回收率试验:在 6 份批号 050308 的样品中精密加入淫羊藿苷对照品 0.70、1.60、3.10 mg,制备供试品溶液,测定吸光度值,计算,结果平均回收率为 100.9%,RSD 为 2.19%。

2.12 样品的测定:在选定的实验条件下,以淫羊藿苷为对照液,测定,计算样品中的总黄酮(以淫羊藿苷计)的质量分数,结果见表 1。

表 1 固骨缓释胶囊中总黄酮的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Total flavones in Gugu Sustained-release

Capsulea ($n=3$)

批号	总黄酮/(mg·粒 ⁻¹)	批号	总黄酮/(mg·粒 ⁻¹)
050305	139.6	05503	138.5
050308	157.3	05602	151.3
050410	156.7	05620	157.3

3 讨论

3.1 本实验以淫羊藿苷为对照,采用流动注射-紫外吸收分析法测定了固骨缓释胶囊总黄酮,结果操作简便,灵敏度高,在测定总黄酮(以淫羊藿苷计)时,可以成为 HPLC 等测定方法的补充。

3.2 实验以三氯化铝为显色剂,总黄酮(以淫羊藿苷计)与此显色剂反应生成橙色~黄色化合物,但此生成物不稳定,颜色逐渐变化。样品与显色剂反应经反应盘管到达检测器时,化学反应并没停止,化学反应一直处于动态变化之中。此不稳定反应采用常规比色法测定,结果不稳定,采用 FIA 技术可以进行定量分析。

References:

[1] Cai D, She B R, Yang Q H. Extraction and determination of total flavones from *Epimedium wushanense* T. S. Ying [J]. Acad J Guangdong Coll Pharm (广东药学院学报); 2005, 21 (1): 75-76.

[2] Fang Z L. Flow Injection Analysis (流动注射分析法) [M]. Beijing: Science Press, 1999.

[3] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

[4] Zhao D Z, Xu B M, Liu K. Determined total flavone content in *Epimedium wushanense* T. S. Ying by AlCl_3 -compound spectrophotometer [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2004, 35(2): 213-214.

FIA-UV法测定固骨缓释胶囊中总黄酮

作者：[王允](#)，[刘毅](#)，[付超美](#)，[姚干](#)
作者单位：[王允, 刘毅, 姚干 \(重庆邮电大学, 重庆, 400065\)](#)，[付超美 \(成都中医药大学, 四川, 成都, 610075\)](#)
刊名：[中草药](#)[ISTIC](#)[PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2007, 38 (6)

参考文献(4条)

1. [Cai D;She B R;Yang Q H](#) [Extraction and determination of total flavones from Epimedium washanense T. S. Ying](#)[期刊论文]-[广东药学院学报](#) 2005 (01)
2. [Fang Z L](#) [流动注射分析法](#) 1999
3. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
4. [Zhao D Z;Xu B M;Liu K](#) [Determined total flavone content in Epimedium wushanense T. S. Ying by AlCl3-compound spectrophotometer](#)[期刊论文]-[中草药](#) 2004 (02)

本文链接：http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706023.aspx