

●药品检验●

紫外分光光度法测定 心达康片中总黄酮苷元的含量

翁水旺 周继斌

(福建省药品检验所 福州 350001)

摘要 目的: 测定心达康片中总黄酮苷元的含量。方法: 采用紫外分光光度法测定, 以无水乙醇为溶剂, 测定波长为 372nm。结果: 检测线性范围为 1.8~12.7 μ g/ml, $\gamma=0.9999$, 平均回收率为 99.8%, $RSD=0.43\%$ 。结论: 该方法准确、快速、简便, 可作为心达康片含量测定的新方法。

关键词 心达康片; 含量测定; 紫外分光光度法

心达康片是治疗冠心病的药物, 它能显著降低心绞痛发作频率和硝酸甘油日耗量, 改善心电图 EST、NST, 并能显著降低血粘度, 临床上用于治疗冠心病心绞痛^[1]。本品原质量标准中测定该药的含量是用比色法^[2], 我们采用紫外分光光度法测定心达康片中总黄酮苷元的含量, 结果满意。

一、仪器与试剂

UV-260 型紫外可见分光光度计(日本岛津); 异鼠李素对照品(中国药品生物制品检定所); 心达康片批号 980707 980708 980903(四川雅达药业股份有限公司); 其余试剂均为分析纯。

二、方法与结果

1. 测定波长的选择 取异鼠李素对照品和心达康片的细粉适量, 用无水乙醇制成浓度约为 6 μ g/ml 的溶液, 照分光光度法, 以无水乙醇为空白, 在 230~450nm 波长范围内扫描绘制吸收光谱图, 图谱显示在 255、372nm 波长处有最大吸收(见图 1), 确定 372nm 波长为测定波长。

2. 线性关系 取异鼠李素对照品适量, 用无水乙醇制成每 1ml 含异鼠李素 1.826、3.652、5.478、9.130、

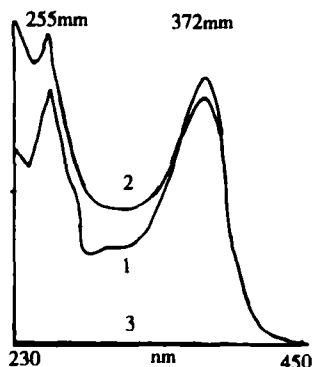


图 1 心达康片 UV 光谱图
1 异鼠李素 2 心达康片
3 辅料

12.78 μ g 的溶液, 以无水乙醇为空白, 分别在 372nm 波长处测定吸收度。结果表明异鼠李素浓度在 1.8~12.7 μ g/ml 范围内与其吸收度呈良好的线性关系。回归方程为:

$$C=13.21A+0.0691 \quad \gamma=0.9999 \quad n=5$$

3. 稳定性试验 取配制好的样品溶液和异鼠李素对照品溶液, 于室温下放置 1、2、4、8、12、24 小时, 分别在 372nm 波长处测定吸收度, 结果无明显变化。说明本品溶液在 24 小时内均稳定。

4. 处方中辅料对主药紫外吸收度的影响 称取处方量的辅料, 按样品测定的方法, 用无水乙醇溶解、稀释并滤过, 在 230~450nm 波长范围内扫描。实验证明, 制剂的辅料在该波长范围内无吸收(见图 1), 不影响主药的含量测定。

5. 回收率试验 采用加样回收试验, 称取已知含量的心达康片细粉适量, 用无水乙醇溶解, 分取 5 份, 分别精密加入已知浓度的不同量的对照品溶液, 混匀, 用无水乙醇稀释, 滤过, 照分光光度法测定, 计算回收率。结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

试样号	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
1	0.3530	0.2440	0.5957	99.5		
2	0.3530	0.2745	0.6258	99.4		
3	0.3530	0.3050	0.6573	99.8	99.8	0.43
4	0.3530	0.3355	0.6902	100.5		
5	0.3530	0.3660	0.7188	99.9		

6. 样品测定 取心达康片 20 片, 除去糖衣, 精

密称定,研细,精密称取适量(约相当于异鼠李素 6mg),置 100ml 量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,另取异鼠李素对照品同法操作,照分光光度法,以无水乙醇为空白,于 372nm 波长处测定吸收度并计算,并与原比色法测定结果比较。结果见表 2。

表 2 样品测定结果(n=3)

批号	本法(标示量%)	比色法(标示量%)
980707	95.2	96.1
980708	98.8	98.9
980903	101.1	101.5

三、讨 论

1. 原比色法测定含量比紫外分光光度法测定含量结果稍偏高,原因有待进一步探讨。
2. 经试验,采用比色法测定时,随着显色后放

置时间的延长,含量逐渐降低。本文采用的方法中,在 372nm 波长处有一锐峰,心达康片用无水乙醇溶解后,可在这一最大吸收波长处直接测定含量,且配制好后的溶液稳定,避免了原来标准中加入三氯化铝溶液显色带来的误差。同时本方法操作简单,减少了原标准中在绘制标准曲线可能产生的误差以及操作步骤多带来的繁琐。

3. 心达康片为沙棘酮药物,我们用紫外分光光度法测定了该药中总黄酮苷元的含量,该方法比原标准的方法快速准确,无干扰,灵敏度高,重现性好,可作为心达康片的含量测定的新方法。

参 考 文 献

- [1]张振贤,胡文文,顾仁槌,醋柳黄酮片治疗冠心病心绞痛(瘀血症)101 例. 辽宁中医杂志,1997,24(6): 258~259
- [2]中华人民共和国卫生部药品标准,中药成方制剂,第十四册,1997: 19~20

DETERMINATION OF FLAVONOIDS IN XINDAKANG TABLETS BY UV SPECTROPHOTOMETRY

Weng Shuiwang Zhou Jibin

(Fujian Provincial Institute for Drug Control, Fuzhou, China 350001)

Abstract Objective: To establish the content determination method of flavonoids in Xindakang Tablets was determined. **Methods:** UV spectrophotometry method was used with dehydrated alcohol as solvent and detecting wavelength at 372nm. **Results:** The calibration curve was linear in the range of 1.8~12.7μg/ml, $r=0.9999$. The average recovery was 99.8%, with $RSD=0.43\%$. **Conclusion:** The method is accurate, rapid and simple. It acts as a new method of the content determination of Xindakang Tablets.

Key words Xindakang; content determination; UV

反相高效液相色谱法测定注射用美洛西林钠含量

索 银 科

(陕西省宝鸡市药品检验所 宝鸡 721001)

摘要 目的: 建立反相高效液相色谱法测定注射用美洛西林钠含量。方法: 采用 SPHERI—5 RP—18 色谱柱, 乙腈—醋酸盐缓冲液(20: 80, pH5.0±0.1)为流动相, 流速为 0.95ml/min, 检测波长为 230nm, 乙酰苯胺为内标物。结果: 美洛西林钠在 0.163~0.817mg/ml 范围内线性良好($r=0.9998$), 平均回收率($n=6$)为 99.78% ($RSD=0.62\%$)。结论: 本方法简便, 快速, 准确, 可靠。

关键词 反相高效液相色谱法; 注射用美洛西林钠

美洛西林钠是近年来研制的一种广谱半合成青霉素, 为氨苄青霉素的衍生物。其原料和制剂在我国

已有生产和使用。原料和制剂的含量测定方法有比色法^[1]、高效液相色谱法^[2,3]。本文采用 RP—HPLC