

川贝母枇杷糖中贝母素甲的含量测定

★ 王超群 (江西中医学院 2003 级研究生 南昌 330006)

★ 易敏之 (江中药业 南昌 330029)

关键词:川贝母枇杷糖;贝母素甲;紫外分光光度法

中图分类号:TQ 460.7⁺2 文献标识码:A

川贝母枇杷糖是由川贝母、枇杷叶等制成的中药保健品,具有清热宣肺、化痰止咳的功效,用于风热犯肺、干咳少痰、咽喉肿痛等。为有效控制本品质量,采用酸性染色法对川贝母中贝母素甲进行含量测定。

1 仪器、药品与试剂

岛津 UV-1206 紫外分光光度计;超声清洗仪(昆山市超声处理仪器有限公司);梅特勒 AE240 电子分析天平。

贝母素甲对照品(批号 110759-200305,含量测定用)购自中国药品生物制品检定所;溴麝香草酚蓝(批号 020725,指示剂)上海三爱思试剂有限公司;邻苯二甲酸氢钾(批号 930720,基准试剂),普侨化工技术研究所;氯仿等试剂均为分析纯。

2 含量测定

2.1 对照品贮备液的制备 精密称取五氧化二磷中干燥 48 小时的贝母素甲对照品适量,加 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液(pH5.0,0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液 25 mL,0.2 mol/L 氢氧化钠溶液 11.8 mL,下同)溶解制成 50 μ g/mL 的溶液。

2.2 样品溶液的制备 取本品 100 g,精密称定,加热水 400 mL 溶解,超声处理 10 分钟,置分液漏斗中,加氨水调 pH 值至 10,加氯仿振摇提取 3 次,每次 50 mL,合并氯仿液,蒸干,加 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液溶解,转移至 25 mL 量瓶中,加 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液稀释至刻度,摇匀,作为样品溶液。

2.3 样品测定方法 精密量取样品溶液 5 mL 置分液漏斗中,精密量取 0.001 mol/L 溴麝香草酚蓝溶液 2 mL,摇匀。精密加入氯仿 15 mL,强力振摇提取约 5 分钟,静置使分层。取氯仿层,用干燥滤纸滤过,滤液作为供试品溶液。另精密量取对照品贮备液 3 mL 和 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液 2 mL,置分液漏斗中,同法制成对照品溶液。再精密量取 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液 5 mL,置分液漏斗中,同法制成空白对照溶液。取供试品溶液、对照品溶液和空白对照溶液,照分光光度法(《中华人民共和国药典》2000 年版一部附录 V B),于 412 nm 处依次测定吸收度,计算,即得。

2.4 测定波长的选择 精密量取样品溶液与对照品贮备液 2 mL 分别置分液漏斗中,分别精密量取 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液 3 mL,摇匀。按 2.3 项方法操作。取滤液,

照分光光度法(《中华人民共和国药典》2000 年版一部附录 V B),在可见-紫外分光光度计 350~450 nm 处扫描,贝母素甲对照品和样品在 412 nm 处有最大吸收峰,因此选择 412 nm 为测定波长。

2.5 线性关系的考察 精密量取对照品贮备液 0,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 mL,置分液漏斗中,分别精密量取 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液补足至 5 mL,按 2.3 项方法操作,以吸收度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程为: $Y = 35.745C + 0.001$ ($r = 0.9993$)。贝母素甲在 3.7~18.7 μ g/mL 范围内线性关系良好。

2.6 精密度试验 精密量取对照品贮备液 3 mL 和 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液 2 mL,置分液漏斗中,摇匀。按 2.3 项方法操作,连续测定 6 次,结果平均吸光度为 0.439, $RSD = 0.12\%$ 。结果表明,本方法精密度良好。

2.7 稳定性试验 精密量取样品溶液 5 mL,置分液漏斗中,按 2.3 项方法操作,在 0、10、20、40、60、80、120 分钟处测定吸光度,结果 $RSD = 0.96\%$ 。结果表明,供试液在 2 小时以内稳定,本方法稳定性良好。

2.8 重现性试验 制备 5 份样品溶液(批号:20041101),分别精密量取 5 mL 置分液漏斗中,按 2.3 项方法操作,结果平均含量为 0.712 mg/100g, $RSD = 1.86\%$ 。结果表明,本方法重现性良好。

2.9 回收率试验 取 5 份同批号样品(批号:20041101)适量,精密称定,精密加入对照品溶液适量,挥尽溶剂,按样品溶液制备法制备,精密量取 5 mL 置分液漏斗中,按 2.3 项方法操作,计算回收率,结果平均回收率为 100.8%, $RSD = 0.95\%$ 。结果表明,本方法回收率良好。

2.10 样品测定 制备 3 批样品溶液,每批各 2 份。分别精密量取 5 mL 置分液漏斗中,按 2.3 项方法操作,结果样品平均含量为 0.719 mg/100g, $RSD = 0.259\%$ 。根据以上结果,规定本品每 100 g 含总生物碱以贝母素甲($C_{27}H_{45}O_2N$)计不低于 0.6 mg。

3 讨论

在氯仿萃取过程中应强力振摇萃取至少 5 分钟左右,使生物碱萃取完全,以免影响含量测定。用比色法测定川贝母枇杷糖总生物碱的含量测定,方法简便,结果满意,可以用于控制本品质量。

(收稿日期:2005-09-23)