

中药含量测定方法实验设计中应注意的问题

王宝琴 (中国药品生物制品检定所, 北京 100000)

建立含量测定方法, 实验设计是否合理直接影响方法的科学性与准确性。

1 提取问题

对含药材原粉的制剂, 如采用取部分提取液的测定方法, 不宜将样品粉末直接置容量瓶中定容, 因为中药含量测定的取样量往往较大, 且药粉不溶于水, 其固体体积不可忽视。例如将 0.5 g 九分散于 10 ml 容量瓶中, 以刻度吸管加入约 7 ml 即已至量瓶刻度。可将样品称入具塞锥形瓶中, 精密加入 10 ml 计算全量。

2 测定大类成分如总黄酮、总皂甙等问题

2.1 如所测总成分以某一单体成分为对照品制定标准曲线并计算, 应首先考虑对照品溶液与供试品溶液最大吸收波长是否一致, 有的相差很大或供试品溶液根本无最大吸收, 方法则不能成立。

2.2 阴性(空白)对照液即除去欲测成分的药材原料制备的样品液, 依法测定其吸收图谱, 与基线吻合, 或略有吸收, 在无其它方法可循的情况下, 其吸收值若低至样品吸收值 5% 以下, 可忽略不计。因考

察中药多为天然药物, 含量幅度较大, 又为大复方, 但不可认为无吸收峰即视为无干扰。

2.3 按上述方法制备背景空白以消除干扰是不可行的。例如样品吸收值为 0.6, 而阴性对照液吸收值为 0.2, 即以 $0.6 - 0.2 = 0.4$ 计算样品含量。由于处方原料不相同, 工艺未知, 配制出的背景空白不可能条件相同, 吸收值差异较大, 故此方法无推广价值。只有在原料来源不变, 工艺稳定的情况下作为企业内部的质控方法暂时使用。

2.4 为了消除其它组分干扰, 采用导数光谱或二波长, 三波长等方法测定单一或大类成分, 仅可用于药味较少的制剂, 其空白试验取多批次样品测定, 结果一致才可采用。因中药复方与西药不同, 后者所谓干扰组分均为结构已知具有一定规格的成分, 而中药则大部为未知成分且不恒定, 有些测定只有一次性的意义, 不具重现性。

3 回收率测定问题

在一些实验设计中, 常见到所谓的加样回收测定, 不是在称样开始时即加入纯品, 而是将其加至

制备好的供试品溶液中, 这样不能考察提取, 纯化过程中被测成分是否损失; 也有在薄层扫描试验中, 于薄层板上依次点对照品溶液、供试品溶液及对照品与供试品重叠点于同一原点上, 测定后计算, 这只能反映板上的回收率, 而不能代表全部含量测定方法的回收率。

4 对照品问题

含量测定用对照品只能用化学纯品, 不可用药材对照品, 因为不可能得到所含成分含量同一的样品。

测定大类成分如皂甙也不宜采用总皂甙为对照

品, 因总皂甙组分复杂, 各成分比例不稳定, 不同批次的皂甙难于保持一致, 从而使含量测定结果不稳定。

测定总皂甙时, 采用同系物之一的化学单体并以其计算, 定出限度是可行的。如测定人参总皂甙, 以人参皂甙 R_{g1} 、 R_e 等作对照品并计算。但如处方中含有的不同药味均含皂甙, 有的甚至不是皂甙而是其它各种甙类, 例如处方中有黄芪、人参、地黄、知母、赤芍等, 而以黄芪甲甙或人参皂甙 R_e 为对照品测定并计算含量, 科学根据不足, 不能成立。