

min 后,加入 PB 液 0.2 ml,迅速混匀,室温放置 30 min,5000 r·min⁻¹离心 10 min,在 750 nm 处测定吸光值 A(2.5 h 内测定)。以光吸收值 A_{750nm}为纵坐标,多肽(蛋白质)含量为横坐标,绘制标准曲线。

1.2.3 样品测定 取 14 支 1.5 ml 的塑料离心管,分成 7 组,每组 2 支,每支加入 25 μl 对照品溶液,然后分别加入 100、50、25、10、9、8、7、6、5、2.5、1 μl 20% Tween-80 溶液。混合均匀,依次作为 1~11 号供试品溶液。另取 2 支 EP 管,每支加入 25 μl 对照品溶液。

取上述样品,按“1.2.2”项下方法,自“加水使成 1ml”起进行测定,根据回归方程计算样品中多肽的含量。

1.3 结果

样品测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果

Table 1 The result of determination

No.	Added /μg	Measured /μg	Content of Tween-80/%	Recovery /%	Phenomenon after TCA added
1	9.8	24.42	2.00	249	yellow ↓
2	9.8	19.73	1.00	201	yellow ↓
3	9.8	18.09	0.50	185	yellow ↓
4	9.8	11.82	0.20	121	white ↓
5	9.8	11.18	0.18	114	white ↓
6	9.8	10.64	0.16	109	white ↓
7	9.8	9.91	0.14	101	white ↓
8	9.8	9.84	0.12	100	white ↓
9	9.8	9.87	0.10	101	white ↓
10	9.8	9.79	0.05	100	white ↓
11	9.8	9.84	0.02	100	white ↓
25 μl BSA	9.8	9.82			white ↓
25 μl BSA	9.8	9.84			white ↓

2 讨论

在测定过程中,当加入三氯乙酸后,有两种颜色的沉淀产生,一种是黄色(1~3 号);一种是白色(4~11 号)。实验证明:有黄色沉淀则一定有干扰,1~3 号均有干扰。无黄色沉淀并不表示无干扰,如 4~6 号对测定有干扰;7~11 号对测定无干扰。不能仅从无黄色沉淀这一点确定样品中的 Tween-80 对测定结果无干扰。

由测定结果可知:7~11 管 Tween-80 对测定结果无干扰,其相应的 Tween-80 的最大浓度为 0.14%。所以 Tween-80 不干扰 Peterson 法的最大测定浓度为 0.14%。

由此可以确定:对于 Tween-80 和多肽含量均高的样品,可以通过减小取样量来降低 Tween-80 的测定浓度,从而消除干扰,而对那些 Tween-80 含量高,但多肽含量小的样品,则建议选用其他方法测定多肽。

参考文献

1 中华人民共和国国家药典委员会.中国药典[S].二部.北京:化学工业出版社,2000.992
2 DR·马歇克.蛋白质纯化与鉴定实验指南[M].北京:科学出版社,2000.199
3 汪家政.蛋白质技术手册[M].北京:科学出版社,2001.55
收稿日期:2002-09

旋光度法测定复方丹参注射液中葡萄糖的含量

罗凤琴¹,李 燕²,韩 海³

1.重庆医科大学附属第二医院,重庆 400010;2.南川市人民医院,重庆 南川 408400;3.暨南大学药学院,广东 广州 510632

摘要: **目的** 测定复方丹参注射液中葡萄糖的含量。**方法** 将复方丹参注射液稀释到 40%后,不加入氨试液,用旋光度法测定葡萄糖的含量。**结果** 旋光仪读数稳定。平均回收率为 100.5%,日间 RSD=0.78%。**结论** 所用方法能用于复方丹参注射液中的葡萄糖含量测定,测定结果可靠。

关键词: 复方丹参注射液;葡萄糖;旋光度法

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0103(2003)02-0147-02

Determination of glucose in Compound Dansheng injection by polarimetry

LUO Feng-qin¹,LI Yan²,HAN Hai³

1. The Second Affiliated Hospital, Chongqing Medical University, Chongqing 400010, China; 2. Nanchuan People's Hospital, Nanchuan 408400, China; 3. School of Pharmacy, Jinan University, Guangzhou 510632, China

—中国知网—<https://www.cnki.net>

作者简介:罗凤琴,女,主管药师,从事医院药学工作。

Abstract: **OBJECTIVE** To detect the content of glucose in Compound Dansheng injection. **METHODS** The Compound Dansheng injection was diluted to 40%, and detected by polarimetry. **RESULTS** The average recovery was 100.5% and the RSD of between 10 days was 0.78%. **CONCLUSION** This method was accurate, and can be used for the determination of glucose in Compound Dansheng injection.

Key words: Compound Dansheng injection; Glucose; Polarimetry

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006-0103(2003)02-0147-02

中国药典对葡萄糖原料药和注射液中葡萄糖的含量测定均采用旋光度法,并加入氨试液使其变旋光现象快速稳定。复方丹参注射液是临床常用药品,但在对其中的葡萄糖进行含量测定时,由于注射液颜色较深,按照中国药典注射液项下含量测定方法无法进行。现对复方丹参注射液中葡萄糖含量测定的旋光度法进行研究,考察了注射液的颜色及稀释时加入氨试液对测定的影响,对有一定颜色的中药注射液中葡萄糖的含量测定可提供一定参考。

1 实验部分

1.1 仪器与试药

Perkin elmer 241 型旋光仪,光源为钠光(波长 589.3 nm);丹参注射液 3 批(安徽阜阳制药厂,每瓶 250 ml,含葡萄糖 12.5 g,批号:200101、200102、200103);葡萄糖(优级纯,上海试剂二厂,含量不少于 99.5%,经 98~100℃干燥至恒重);其余试剂均为分析纯。所有实验均在室温下进行。

1.2 方法与结果

1.2.1 葡萄糖浓度与旋光度值的线性关系考察精密称取经 98~100℃干燥至恒重的纯葡萄糖适量,加水溶解并稀释成 10.384、5.195、2.596、1.558、1.298、1.038、0.519 g·(100 ml)⁻¹ 的葡萄糖溶液,照旋光度法^[1]测定,旋光度 α 对浓度 C 回归,得回归方程为: α=0.5192C+0.0822(r=0.9994)。结果表明,当葡萄糖浓度在 1.558~10.384 g·(100 ml)⁻¹ 之间时,葡萄糖浓度与旋光度值之间具有良好的线性关系。

1.2.2 供试液的制备精密吸取本品 10 ml,至 25 ml 量瓶中,加水定容,摇匀,即得。

1.2.3 样品的测定分别取 3 批样品,按上述方法制备并测定,葡萄糖的 [α]_D²⁰=+53°,参照中国药典的公式计算,3 批样品的含量分别为标示量的 99.6%、100.7%和 100.0%。

1.2.4 回收率实验精密吸取未加入葡萄糖的空白注射液 10 ml,至 25 ml 量瓶中,分别精密加入一定量的经 98~100℃干燥至恒重的葡萄糖纯品,加水定容,摇匀,照旋光度法^[1]测定其旋光度,并计算回收率。结果见表 1。

1.2.5 精密度实验取同一批号样品每日测定含量,连续 5 d,求得日间 RSD=0.78%(n=5)。

Table 1 The results of recovery test

No.	Added/g	Detected/g	Average/%	$\bar{X}/\%$	RSD/%
1	0.3986	0.4004	100.5	100.5	1.10
2	0.4152	0.4210	101.4		
3	0.6189	0.6120	98.89		
4	0.6274	0.6345	101.1		
5	0.8123	0.8052	99.13		
6	0.7807	0.7948	101.8		

2 讨论

丹参注射液属复方中药制剂,成分复杂,且颜色较深,经测定其几批样品在 589.3 nm 处的吸光度平均值为 0.466,而旋光度测定法要求供试液必须清亮,不得有悬浮颗粒、尘土、气泡,在可能的范围内也应尽可能无色^[2]。而丹参注射液较深的颜色使偏振光的透过大大减低,从而导致测定时旋光仪的读数始终无法稳定,用旋光度法无法直接测量,应将其稀释至颜色较浅后才能测定。由于复方丹参注射液成分复杂,如照中国药典方法稀释后加入氨试液,则会因 pH 值变化使颜色比稀释前更加深。马广慈^[3]等曾提出测定 10% 以下的葡萄糖溶液,可不加氨试液测定其旋光度。所以我们采用了稀释后不加入氨试液的测定方法。

在确定稀释倍数时,我们发现,原注射液稀释为原来的 60% 后颜色仍较深,进行测定时,读数仍不很稳定,而稀释为原来的 20% 后测定时,读数虽稳定,但因旋光度数值太小,使测量的相对误差变大,结果偏高,结合线性关系的研究,此浓度已不在线性范围内。只有将原注射液稀释为原来的 40% [葡萄糖的浓度约 2 g·(100ml)⁻¹] 左右,才是较合适的稀释倍数。

参考文献

- 1 中华人民共和国国家药典委员会.中国药典[S].二部.北京:化学工业出版社,2000.附录 VIE.
- 2 余仲捷,李松兰,张殿坤.现代有机分析[M].天津:科学技术出版社,1995
- 3 马广慈.药物分析方法与应用[M].北京:科学出版社,1999

收稿日期:2002-10