



图1 狼疮定片中丹参酮IIA的HPLC图谱

表1 丹参酮IIA回收率测定结果

序号	样品重 (g)	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.5406	0.2444	0.249	0.4959	101.02		
2	0.4711	0.2129	0.249	0.4650	101.46		
3	0.4568	0.2065	0.249	0.4569	100.68	100.33	1.08
4	0.5053	0.2284	0.249	0.4750	98.95		
5	0.5388	0.2435	0.249	0.4947	100.90		
6	0.5085	0.2298	0.249	0.4765	99.00		

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的同一批样品(20050510)0.5g,分别精密加入一定量的丹参酮IIA,按供试品溶液制备项下操作,平行操作6份,按色谱条件测定含量,计算回收率,结果(见表1)。

2.10 样品测定 按供试品溶液制备方法和色谱条件对3批样品进行了分析,结果(见表2)。

表2 狼疮定片中的含量测定结果(n=3)

批号	1	2	3	$\bar{x} \pm s(mg \cdot g^{-1})$	mg/片
20050510	0.447	0.453	0.455	0.452 ± 0.004	0.113
20050515	0.438	0.424	0.441	0.434 ± 0.009	0.109
20050520	0.429	0.435	0.422	0.429 ± 0.007	0.107

3 讨论

3.1 本处方君药为丹参,具有祛瘀止痛,活血通经的作用,其有效成分为丹参酮IIA,由于本制剂未制定药品标准,现采用HPLC法制定丹参酮IIA的含量,作为该产品的质量指标,具有实际意义。

3.2 在样品制备方法考察中,本实验曾比较了超声提取、水浴回流、索氏提取等不同提取方法对含量测定的影响,结果显示,以水浴回流和超声提取所测得的丹参酮IIA含量较高;但水浴回流提取的样品杂质峰干扰较大,且较耗时,故选择甲醇超声提取。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典 2000年版(一部) [S]. 北京: 化学工业出版社, 2000.

高碘酸滴定法测定肌苷的含量

孔令瑞, 梁燕芳, 陈雄刚 (广东肇庆市第一人民医院 肇庆 526021)

摘要: 目的 建立高碘酸滴定法测定肌苷的含量。方法 用高碘酸滴定法测定肌苷的含量并与紫外分光光度法作对比。结果 高碘酸滴定法作肌苷含量测定,方法简便快捷,终点变色灵敏,测定结果准确可靠。结论 分析结果准确,重现性好,更有效地测定肌苷的含量,不受仪器设备条件限制。使肌苷的含量测定在容量分析中占有一位置。

关键词: 肌苷; 高碘酸滴定法; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-3765(2006)04-0097-02

Determination of the Inosine by Titrimetric Method of Periodic Acid

KONG Ling-ni, LANG Yan-fang, CHEN Xiong-gang (Guangdong Zhaoqing of First People Hospital Zhaoqing 526021, China)

ABSTRACT: **OBJECTIVE** To establish titrimetric method of periodic acid to determine contents of Inosine. **METHODS** Compare the assaying content of Inosine by using titrimetric method of periodic acid with spectrophotometric method. **RESULTS** Using titrimetric method of periodic acid is a shortcut and convenient method. The end-point of alochromism is sensitiveness. The consequence of determination is accuratissime and safety. **CONCLUSDN** The analytic result is accurate and reproducibe, can efficaciously determine Inosine contents.

KEY WORDS: Inosine; Titrimetric method of periodic acid; Assaying

作者简介: 孔令瑞,女(1960.5-)。毕业于广东肇庆卫生学校。职称: 从事临床检验。联系电话: 1362980007

肌苷,即次黄嘌呤核苷,其含量测定方法,部颁标准^[1]采用紫外分光光度法,是根据肌苷分子内次黄嘌呤的吸收特征而制定的。作者根据肌苷分子中核糖苷部分有一对顺式羟基,

可以用高碘酸氧化为肌苷二醛的反应^{[2][3]}, 试用高碘酸滴定法测定肌苷。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 紫外分光光度计(型号: 756MC, 厂家: 上海第三分析仪器厂), 各型清洁玻璃仪器。

1.2 试剂 肌苷(批号: 0507018 生产厂家: 星湖药业股份有限公司), 肌苷注射液(批号: 040905 041224 050318 生产厂家: 天津药业集团新郑股份有限公司), 所用检验化学试剂均为分析纯级。

2 方法与结果

2.1 高碘酸滴定法 取肌苷约 0.2g, 精密称定, 置 100mL 量瓶中, 加适量水使溶解并加水至刻度, 摇匀。精密量取 10mL (约含肌苷 20mg) 置碘瓶中, 精密加入高碘酸试液(取高碘酸钠 1.2g, 加水适量, 使溶解, 加 2 当量的硫酸 500mL, 加水适量使成 1000mL, 摇匀, 即得。) 50mL, 摇匀, 室温放置 15min, 加碘化钾试液 2mL, 用 0.02mol·L⁻¹ 硫代硫酸钠滴定液滴定, 近终点时, 加淀粉指示液 2mL, 继续滴定至蓝色消失, 并将滴定结果用空白试验校正。每 1mL 0.02mol·L⁻¹ 硫代硫酸钠滴定液相当于 2.683mg C₁₀H₁₂N₄O₅。

2.2 样品测定 称取 5 份样品按 2.1 项下操作方法, 测定结果与部颁标准的紫外分光光度法比较, 两法的测定结果经 t 值检验, (t= 0.0427, P> 0.05), 说明本法与地方标准方法所得含量结果无显著差异。结果(见表 1)。

表 1 样品测定结果(n= 5)

份数	高碘酸滴定法(%)	紫外分光光度法(%)
1	99.11	99.35
2	99.13	98.65
3	99.27	98.75
4	99.47	100.04
5	99.30	99.44

2.3 肌苷注射液测定 取肌苷注射液 3 批, 用本法测定。取肌苷注射液 30 支(每支 2mL 含肌苷 100mg), 锯开瓶颈, 倒入烧杯中, 用干燥滤纸过滤, 弃去初滤液, 精密量取续滤液

20mL 置 100mL 量瓶中, 加水置刻度, 摇匀。精密量取稀释液 20mL 置碘瓶中, 加 6 当量 H₂SO₄ 溶液 4mL, 摇匀, 加 40% 甲醛溶液 0.1mL, 摇匀。精密加入高碘酸试液(取高碘酸钠 1.2g, 加水适量, 使溶解, 加 2 当量的硫酸 500mL, 加水适量使成 1000mL, 摇匀, 即得。) 50mL, 摇匀, 室温放置 15min, 加碘化钾试液 2mL, 用 0.02mol·L⁻¹ 硫代硫酸钠滴定液滴定, 近终点时, 加淀粉指示液 2mL, 继续滴定至蓝色消失, 并将滴定结果用空白试验校正。每 1mL 0.02mol·L⁻¹ 硫代硫酸钠滴定液相当于 2.683mg C₁₀H₁₂N₄O₅。

表 2 肌苷注射液测定结果(n= 3)

批号	肌苷百分含量(g·mL ⁻¹)	
	紫外分光光度法	高碘酸滴定法
040905	4.96	4.92
041224	4.89	4.95
050318	4.78	4.72

同时, 另取已过滤肌苷注射液适量, 按部颁标准的紫外分光光度法测定作比较。两法的测定结果经 t 值检验, t= 0.9952, P< 0.01, 说明本法与部颁标准测定肌苷注射液中股苷含量, 结果无显著差异。结果(见表 2)。

3 讨论

3.1 部颁标准测定肌苷是根据肌苷分子内的次黄嘌呤的吸收特征而设计的, 但若有游离的次黄嘌呤存在, 将使结果偏高, 须作游离次黄嘌呤的限度检查^[1]。同样, 本方法测定肌苷是根据肌苷分子内的核糖具有一对邻位羟基而设计的, 若有游离的核糖存在, 将会使结果偏高, 故也应作游离核糖的限度检查。

3.2 肌苷注射液一般加有亚硫酸盐作抗氧化剂, 在酸性介质中, 形成亚硫酸氢盐, 可为甲醛形成加成物, 从而排除干扰。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 生化药品, 第一分册, 1998, 38.
- [2] 南京药学院, 分析化学[M]. 1979, 188.
- [3] 华东化工学院, 药品集第七分册[M]. 1984, 106.

高效液相色谱法测定藤黄健骨胶囊中淫羊藿苷的含量

于曼娜¹, 张青² (1. 福建省药品检验所 福州 350001; 福建中医学院附属人民医院 福州 350002)

摘要: 目的 建立测定藤黄健骨胶囊中有效成分淫羊藿苷含量的方法。方法 采用高效液相色谱法测定。以乙腈-水为流动相, 检测波长为 27nm, 柱温为室温。结果 淫羊藿苷在 0.1022~ 0.8176μg(r= 0.9999) 范围内呈良好线性关系, 淫羊藿苷的平均回收率为 99.05% (RSD= 0.67%, n= 6)。结论 方法简便, 分离效果好, 结果准确可靠, 可以用于藤黄健骨胶囊的质量控制。

关键词: 藤黄健骨胶囊; 淫羊藿苷; 高效液相色谱法

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 1006-3765(2006)04-0098-03

作者简介: 于曼娜, 女(1955.7-)。毕业于福建卫生学校。职称: 主管药师。从事药品检验工作。联系电话: 0591- 87150178

藤黄健骨胶囊由熟地黄、淫羊藿、鹿衔草等 7 味药材, 经一定工艺提取加工制成。具有补肾, 活血, 止痛的功效, 用于肥