

流动相 1 时,在 β -胡萝卜素的前端峰沿处出现一个小峰;流动相 2 时,在 β -胡萝卜素的后端峰沿处出现一个小峰;流动相 3 时,在 β -胡萝卜素 后端峰沿处各出现一个小峰;流动相 4 时,在 β -胡萝卜素的前后端峰沿处各出现一个小峰,但后面的小峰与 β -胡萝卜素的峰接近基线分离,故本试验选择流动相为甲醇-乙腈=90:10。第 2 号和第 4 号峰估计为其他胡萝卜素异构体,由于缺少对照品无法对它们进行定性。

4.2 对本方法的评价:本文建立的方法简

便、灵敏、快速,可较准确地测定 β -胡萝卜素的含量。该法同样适用于其他含 β -胡萝卜素制剂的含量测定。

参考文献

- 1 Mathews-Roth M M. Pure Appl Chem, 1985, 57: 717
- 2 美国药典 XX Ⅲ 版. 185
- 3 沪 Q/ws-1-2149-94
- 4 何庆元,等. 中国药科大学学报, 1996, 27(5): 310
- 5 袁生,等. 药物生物技术, 1996, 3(1): 35
- 6 姜文侯,等. 食品发酵工业, 1994, 3: 65

(1997-07-11 收稿)

Quantitative Analysis of β - Carotene in Natural Carotene Capsules by HPLC

Wang Xueyan, Hou Xiangming, Cui Biao (Tianjin Chang zheng Hospital, Tianjin 300021)

Abstract An HPLC method was used for the quantitative determination of β - carotene in natural cartene capsules. The sample was pretreated with a silica gel column, and then determined on a ODS column, with a mobile phase of methanol-acetonitrile (90:10) (pH 3.0), and detected at 450nm. The linearity was very good. The average recovery was 99.2%.

Key words natural carotene capsules β -carotene HPLC

金乌香冲剂中槟榔碱定量方法研究

徐州市医学科学研究所(221006) 秦孟根*

徐州市中医药研究所 刘大跃

摘要 对金乌香冲剂中槟榔碱进行了酸性染料比色法定量方法研究,结果表明在 pH=5.0 时,槟榔碱可与溴甲酚绿生成稳定呈色离子对,在槟榔碱浓度范围 1.65 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~10.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 内线性关系良好, $r=0.9992$, 平均回收率 99.7%, $\text{RSD}=2.1\%$ ($n=5$)。

关键词 槟榔碱 溴甲酚绿 酸性染料比色法

金乌香冲剂为我所自制纯中药制剂,对胸膈痞闷及胃脘疼痛等症有效,为控制产品质量,对其主要有效成分槟榔碱(arecoline)进行了定量方法研究,本法设备简单、结果准确、重现性好。

1 仪器试剂、样品、对照品

UV-160-A 紫外分光光度计(日本、岛

津), PHS-25 型酸度计(上海雷磁仪器厂),所有试剂为市售 AR 级,金乌香冲剂为本所自制,氢溴酸槟榔碱对照品由中国药科大学提供(E. M. K 分装,含量达 99.9%)。

2 溶液制备

2.1 供试品溶液制备:精密称取冲剂颗粒 5 份各 2.5 g 分别置于带塞三角磨口瓶中,加

* Address: Qin Menggen, Xuzhou Institute of Medical Science, Xuzhou

浓氨水 1.0 mL 充分浸湿拌和 5 min。加乙醚 30 mL, 放置过夜, 超声, 过滤合并滤液, 以 0.01 mol/L 硫酸液 40 mL 分 4 次提取, 每次提取后放置 30 min, 合并提取液于 50 mL 容量瓶中, 以 1.0 mol/L NaAC 调节 pH=5.0, 以 pH=5.0 醋酸-醋酸钠缓冲液(以下简称缓冲液)定容、摇匀, 即得。

2.2 空白对照溶液配制: 同上 2.1 法除不加样品外制备即得。

2.3 对照品溶液制备: 精密称取氢溴酸槟榔碱 125 mg, 置 50 mL 容量瓶中, 以 pH 5.0 缓冲液定容, 摇匀, 即得对照品贮备液。精密吸取贮备液 1 mL 置于 50 mL 容量瓶中, 加 pH 5.0 缓冲液定容摇匀, 即得。

2.4 pH 5.0 缓冲液制备: 精密吸取 0.1 mol/L 醋酸和 0.1 mol/L 醋酸钠按 1:2 体积比混匀而成。

3 测定条件选择

3.1 酸性染料种类选择: 称取溴甲酚绿、溴酚蓝、溴麝香草酚蓝、溴甲酚紫一定量, 分别以 pH 5.0 缓冲液溶解成 0.8 mg/mL, 各加入一定量经提取后的样品使形成离子对, 经方法稳定性试验, 证实选用溴甲酚绿为最佳。

3.2 溴甲酚绿用量: 精密吸取对照品溶液 20 μ L 加入不同浓度溴甲酚绿 pH 5.0 缓冲液, 按含量测定项下同法操作, 结果发现当溴甲酚绿 0.8 mg/mL 溶液用量为 4.0 mL 时最佳。

3.3 溴甲酚绿 pH 值选择: 取 0.1 mol/L 醋酸和 0.1 mol/L 醋酸钠液适量, 配成不同 pH 值溶液, 以 pH 计校正, 加入按含量测定项下制就的样品液测定最大吸收, 结果认为在 pH 5.0 时吸收度最大。

3.4 吸收光谱选择: 精密吸取化学对照品溶液 1 mL 4 份, 分别置分液漏斗中, 各精密加入 pH 5.0 缓冲液 4 mL, 加入 0.8 mg/mL 溴甲酚绿 pH 5.0 缓冲液 4.0 mL, 用氯仿 20 mL 分次提取, 合并氯仿于 20 mL 容量瓶中, 以氯仿定容, 摇匀。取氯仿液 2 份, 1 份加氯仿 7.0 mL 为 A 液, 另一份加碱性氯仿(氯仿

-0.01 mol/L KOH 无水乙醇液, 5:1) 7 mL 为 B 液, 各随行空白为 C、D 液。于 1 cm 比色池中扫描测定最大吸收; 另取按“含量测定”项下规定制就的样品液同上法操作, 测定最大吸收。结果发现对照品和样品均在 618 nm 处, 有最大吸收, 见图 1。

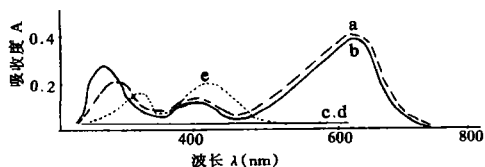


图 1 吸收光谱扫描图

a-对照品加入 0.01 mol/L KOH b-样品加入 0.01 mol/L KOH e-对照品未加 0.01 mol/L KOH
c,d-空白对照

3.5 离子对呈色稳定性试验: 同 3.4 项下法。在不同时间内测定发现游离离子对在 1 h 内呈色稳定, 结果见表 1。

表 1 离子对呈色稳定性实验

时间(min)	0	15	30	45	60	80	100	150
吸收值	0.89	0.90	0.89	0.88	0.84	0.83	0.82	0.80

4 含量测定

4.1 工作曲线制备: 分别精密吸取对照品溶液 0.8、1.4、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 分别置分液漏斗中, 精密加入 pH 5.0 缓冲液各使成 10 mL, 加入 0.8 mg/mL 溴甲酚绿 pH 5.0 缓冲液 4.0 mL, 以氯仿 20 mL 分次萃取, 分取氯仿液合并于 20 mL 容量瓶中, 以氯仿定容, 摇匀, 精密吸取 5.0 mL, 精密加入 0.01 mol/L KOH 无水乙醇液 1.0 mL, 摇匀, 置 1 cm 比色池中于 618 nm 处测定吸收值, 结果见表 2。得回归方程 $A = 0.1074C - 0.08940$, $r = 0.9997$, 表明槟榔碱浓度在 1.65 ~ 10.35 μ g/mL 内呈线性关系, 符合郎伯-比尔定律。

4.2 样品测定: 分别从 5 份供试品溶液中各

表 2 工作曲线制备表

对照品 (mL)	0.4	0.7	1.0	1.5	2.0	2.5
浓度 (μ g/mL)	1.6543	2.8931	4.1330	6.1990	8.2660	10.33
吸收值	0.084	0.222	0.363	0.547	0.782	1.027

吸取 2.0 mL 及空白对照液 2.0 mL,置分液漏斗中,精密加入 pH 5.0 缓冲液使成 10 mL,按 4.1 法项下自“加入 0.8 mg/mL 溴甲酚绿 pH 5.0 缓冲液 4 mL……”起,同法操作,测定吸收值,按槟榔碱含量(g/g)% = $3 \times 10^{-2} C/W$ 方式计算,式中 W 为原样品称样量,C 可由回归方程 $A = 0.1074C - 0.08940$ 求得,结果见表 3。

表 3 金乌香冲剂槟榔碱含量测定结果

样品批号	94010	940111	941201	941203	941205
含量(%)	0.060	0.063	0.062	0.059	0.063

4.3 回收率试验:取对照品 0.15 g,精密称定,以 pH 5.0 缓冲液定容于 50 mL 容量瓶中,摇匀后精密吸取 10 mL 以 pH 5.0 缓冲液定容于 20 mL 容量瓶中,精密吸取 10

mL,加辅料 25 g 制成冲剂。取冲剂颗粒 2.5g,精密称定,按“供试品溶液制备”及“含量测定”项下规定法操作,测定含量,得平均回收率为 99.7%,RSD=2.1%(n=5),证明所加辅料对测定无影响。

5 讨论

经研究认为在 pH 5.0 缓冲液系统中,槟榔碱可与溴甲酚绿定量生成呈色离子对,经氯仿提取离子对在 1 h 内呈色稳定,可用于准确测定槟榔碱含量。

致谢:广东省珠海市丽珠公司苏云驰,徐杏云。

(1997-05-22 收稿)

Studies on the Quantitative Determination of Arecoline in "Jinwuxiangchongji"

Qin Merggen, Liu Dayue (Xuzhou Institute of Medical Science, Xuzhou 221006)

Abstract An acid dye colorimetry was developed for the quantitative determination of arecoline in "Jinwuxiangchongji". Arecoline forms a stable color ionpair with bromocresol green in a HAc-NaAc buffer of pH5.0. The absorption is proportional to the concentration of arecoline in the range of 1.65 $\mu\text{g/mL}$ ~ 10.4 $\mu\text{g/mL}$ ($r=0.9992$) and average recovery 99.7% (RSD=2.1%, $n=5$).

Key words arecoline Bromocresol green acid dye colorimetry

心痛宁冲剂质量标准的研究

辽宁省中医研究院(沈阳 110031) 王月敏* 王淑青
辽宁省药品检验所 王伏燕

摘要 对心痛宁冲剂中的主要成分进行了薄层色谱鉴别,并采用薄层扫描法对其中熊果酸进行了含量测定研究,结果表明,该质量标准可控制产品质量。

关键词 心痛宁冲剂 丹参酮 I_A 延胡索乙素 芦丁 熊果酸

心痛宁冲剂为治疗冠心病、心绞痛的中药三类制剂,由丹参、延胡索等十几味中药组成。为控制产品质量,我们对其进行了质量标准研究,制定了薄层鉴别和薄层扫描含量测

定,结果满意。

1 仪器和试药

丹参酮 I_A、延胡索乙素、芦丁、熊果酸对照品由中国药品生物制品检定所提供,心痛

* Address: Wang Yuemin, Liaoning Institute of Traditional Chinese Medicine, Shenyang