

是经校正后的长度。即: 胶柱长度 = 蛋白质迁移距离 × 原胶柱长(固定前) / 现胶柱长(固定后) 各样品固定后的电泳谱带位置经校正后,再分别与 pH梯度曲线对应,可方便地得到各样品蛋白质成分的 PI,见表 2 我们先期的实验已经证明该方法的精确性和可靠性^[5]。

表 2 IFE各样品主要蛋白质成分的 PI

样品	固定前	固定后	电泳谱带			PI
	胶长 (cm)	胶长 (cm)	位置 (cm)			
金钱白花蛇	9.5	10.2	7.71	8.77	10.0	7.0 7.5 8.1
水赤链游蛇	9.5	10.1	7.29	8.35	9.62	6.8 7.3 7.9
阿胶	8.5	9.2	2.54	3.30	6.33	7.90 4.56 4.82 6.35 7.09
龟胶	8.9	9.3	3.26	6.60	7.99	4.89 6.48 7.13
猪皮胶	8.5	9.2	6.38	7.99		6.37 7.13
鹿角胶	8.8	9.3	2.70	6.48	8.33	4.63 6.42 7.29
伪品胶	8.5	9.2	3.10	6.24		4.82 6.30

4.6 样品蛋白质成分 PI均值的显著性测验: 为获得可靠的科学结论,将金钱白花蛇与其它蛇,阿胶与其它胶蛋白质成分的 PI均值进行显著性测验,由于实验的重现性好,故其显著性测验十分灵敏的结果均为 $P < 0.01$

5 结果讨论

5.1 SDS-PAGE具有凝胶过滤和普通 PAGE分离的双重效应,可灵敏地分离亚基分子量不同的蛋白质,从图 1可见,不同来源的胶类、蛇类药材的电泳图谱存在着显著的差异,可根据谱带的位置、数目、着色程度方面来区别胶类、蛇类药材。同时依据 SDS-PAGE技术的特点,可快速测定各样品中主要蛋白质成分的分子量。

5.2 大多数蛋白质在 SDS中是可溶的,如果一种蛋白质是由相同的亚基所构成,那么未折叠的比折

叠的蛋白质对二硫键还原剂的还原作用更灵敏,其在电场中的泳动位置更接近标准分子量的蛋白质电泳位置。故用普通 PAGE难以获得清晰电泳图谱的胶类药材,用 SDS-PAGE则可获得。

5.3 蛋白质结合 SDS的量,受溶液 pH 离子强度和缓冲液组分的影响,所以用 SDS-PAGE测定蛋白质分子量时,在统一的条件下进行。

5.4 IFE两性电解质的加入是为了在电泳支持物上产生“平滑”的 pH梯度,实践证明,只有在“平滑”的 pH梯度的胶柱上,才能获得分辨率高的 IFE谱带。

5.5 IFE即可获得分辨高的电泳图谱(如图 2),也可依据 IFE技术的特点测定样品蛋白质成分的 PI(如表 2) PI确定后,我们可以将正品与伪品的 PI作均值显著性测验,所得结论均 $P < 0.01$ 从而提示我们,金钱白花蛇及其它蛇、阿胶与其它胶的 PI数据可以做为二者内在质量的指标之一。从而使难以用传统方法鉴别真伪的动物类及其它种类的中药进行电泳技术鉴别既有直观的图谱又有相应精确的定量数据。

参考文献:

- [1] 徐康森,郝苏丽. SDS聚丙烯酰胺凝胶电泳法在药物分析中的应用——蛋白及酶的分子量测定及其实验误差[J]. 药物分析杂志, 1982, 2(4): 193.
- [2] 陈振江,张香梅. 中药青箱子、土鳖虫的等电聚焦电泳研究[J]. 中草药, 1996, 27(10): 593.
- [3] 袁晓华,杨中汉. 植物生理生化实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 1983.
- [4] 陈振江,刘静芬,邹志凌. 阿胶及其伪品的 IFE研究[J]. 中成药, 1998, 20(12): 31.
- [5] 陈振江,陈科力,王曦,等. 金钱白花蛇可溶性蛋白凝胶电泳图谱的研究[J]. 中草药, 2000, 31(5): 374.

气相色谱法测定健心片中冰片的含量

许妍¹,周彦如²,章红^{1*}

(1. 江西省药品检验所,江西 南昌 330046 2. 江西药都樟树医药集团公司,江西 樟树 331200)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)12-1090-02

健心片为江西樟树制药厂产品,是由毛冬青、三七、红花、丹参、冰片等 7味中药制成的片剂。具活血、止痛的功效,适用于心肌劳损、心绞痛、动脉硬化

等症。本品种目前的国家药品标准中只有检查项,无法控制产品质量。因此,用气相色谱法建立冰片的含量测定,以便准确定量。

* 收稿日期: 2001-07-10
 作者简介: 许妍,中国药科大学毕业,理学士学位,主管药师,主要从事药品检验、新药审批、各级标准的起草以及药品的仪器分析工作,在国内公开刊物上发表论文数篇。

1 仪器与试剂

岛津 GC-14B 气相色谱仪, 岛津 C-R6A 积分仪。联苯 (中国药品生物制品检定所, 批号 0843-9501), 右旋龙脑对照品 (由天然冰片精制而成, 气相色谱面积归一化法测定含量为 99.90%)。试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验: 色谱柱: 以甲基硅橡胶 (SE-30) 为固定相 (涂布浓度 5%), 玻璃柱 (3.2 mm × 2 m); 柱温 130 °C, 进样口温度: 200 °C, FID 检测器温度: 200 °C; 载气 (N₂): 60 KPa, 氢气 (H₂): 100 KPa, 空气 (O₂): 50 KPa; 衰减: 2, 纸速: 2 mm/min, 进样量 2 μL 在上述条件下, 冰片与内标峰及其他杂质峰达到基线分离, 分离度均大于 1.5, 理论板数按右旋龙脑峰计算应不低于 1 000

2.2 内标溶液的制备: 精密量取内标物联苯 400 mg 置 100 mL 量瓶中, 加醋酸乙酯溶解稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取右旋龙脑对照品 40 mg 置 10 mL 量瓶中, 加内标溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系的考察: 精密吸取上述对照品溶液 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 μL, 注入气相色谱仪, 以右旋龙脑的量为横坐标, 内标物与右旋龙脑的色谱峰面积比值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 0.1574X - 0.0319$, $r = 0.9998$, 表明右旋龙脑在 2~20 μg 范围内具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 上述对照品溶液重复进样 6 次, 内标与对照品峰面积比值的 RSD 为 0.6%。

2.6 重现性试验: 取同一批样品 5 份测定, RSD 为 0.8%。

2.7 回收率试验: 样品加样回收率测定结果为平均回收率为 98.87%, RSD 为 0.9% (n=5)

2.8 样品的测定: 取本品去包衣后研细, 精密称取 4 g, 加乙醚 40 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液挥干, 残渣加内标溶液转移到 10 mL 量瓶中, 用内标溶液定容, 摇匀, 按 2.1 项下色谱条件测定 3 批样品, 结果冰片含量 (mg/片) 分别为 2.5, 2.6, 2.6 (RSD 在 0.8%~1.0%)。

3 讨论

3.1 通过考察不同的固定液色谱柱, PEG-20M 虽然能分开冰片中的龙脑和异龙脑, 但重现性不理想, 而且出峰时间较晚, 峰形拖尾, 理论板数较低。而 SE-30 分离出的峰形较好, 分离结果稳定。

3.2 曾对薄荷脑、正己酮、正庚烷、正十一醇、正十四烷、正十八烷和联苯作为内标物质进行了筛选, 以联苯最佳。

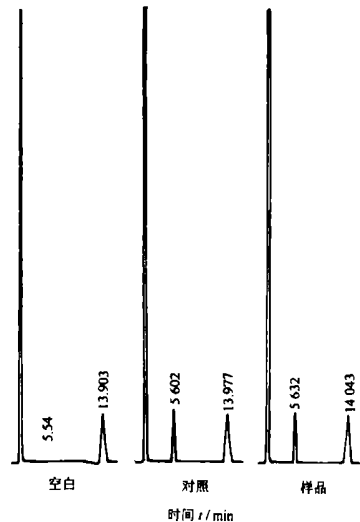


图 1 健心片气相色谱图

小儿咽扁颗粒的质量控制

赵慧萍, 严红, 闫血梅*

(天津中医学院第一附属医院制剂室, 天津 300193)

中图分类号: R927.11

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)12-1091-02

小儿咽扁颗粒是由我院根据部颁标准进行移植的药品, 由金银花、射干、金果榄、桔梗、玄参、麦冬、

片黄、冰片 8 味药组成。此方具有清热利咽、解毒止痛之功效。用于肺实热引起的咽喉肿痛, 口舌糜烂,

* 收稿日期: 2001-04-06