

粉中多糖含量。

(二)水解氨基酸含量 灵芝中水解氨基酸含量除个别与灵芝孢子粉中水解氨基酸含量稍相差以外,普遍低于灵芝孢子粉中水解氨基酸含量。总氨基酸含量灵芝为 17.16%,灵芝孢子粉为 33.12%。具体见表 1。

三、讨论

通过上述我们所测的灵芝及灵芝孢子粉中几个指标,可以看到灵芝孢子粉中有效成分的含量普遍高于灵芝有效成分含量。有些成分如多糖,水解氨基酸总量灵芝孢子粉几乎是灵芝的一倍。这样的结果与临床上出现的灵芝孢子粉的功效比灵芝强的情况完全吻合,尤其是已有报导灵芝中多种水溶性多糖有抑制肿瘤生长的作用,而临床上灵芝孢子粉的抑瘤作用强于灵芝子实体,这种现象,与我们的实验结果是一致的。

表 1 灵芝和灵芝孢子粉中水解氨基酸含量的比较

名 称	含 量 (μg/mg)	
	灵 芝	灵芝孢子粉
天门冬氨酸	7.27	13.22
苏氨酸	4.18	6.28
丝氨酸	4.26	6.11
谷氨酸	7.73	12.67
脯氨酸	2.79	5.75
甘氨酸	3.96	6.53
丙氨酸	4.50	7.66
缬氨酸	3.22	4.93
异亮氨酸	2.19	2.91
亮氨酸	5.43	8.14
酪氨酸	89.54	194.15
苯丙氨酸	3.72	3.35
赖氨酸	2.78	5.69
组胺酸	1.13	2.43
精氨酸	2.47	5.58

(三)测试了 Fe、Mn、Zn 等 9 种微量(无机)元素的含量。见表 2。

表 2 灵芝及灵芝孢子粉中微量无机元素含量比较

	微量元素含量(ppm)								
	Ca	Fe	Mg	Zn	Co	Cu	Ge	Mn	Pb
灵 芝	810	570	1000	100	2	20	<1	9	2
灵芝孢子粉	4600	2600	1100	28	2	9	<1	75	2

参考文献

1415~8

[1]陈贵廷主编.本草纲目通释.北京:学苑出版社,1992:

[2]董群等.中国药学杂志,1996;16(9):550~3

酸性染料比色法测定盐酸金刚烷胺糖浆的含量

傅利道 曾茂法 卢 莺

(浙江省台州市药品检验所 临海 317000)

摘要 本文采用溴甲酚绿的酸性染料比色法,于 415nm 波长处测定盐酸金刚烷胺糖浆的含量,平均回收率 100.3%,RSD 0.30%(n=5)。方法简便,辅料无干扰。

关键词 酸性染料比色法;盐酸金刚烷胺糖浆

Determination of amantadine hydrochloride syrup by acid dye colorimetry

Fu Lidao, Zen Maofa, Lu Ying

(Institute for drug control Taizhou Zhejiang Linhai 317000)

ABSTRACT The method for determination of amantadine hydrochloride syrup by acid dye colorimetry was reported. Colorimetry conditions were choiced in this paper. It was not interfered by excipient and it was simple. The average recovery was 100.3%. The coefficient of varivation was 0.30%.

KEY WORDS acid dye colorimetry, amantadine hydrochloride syrup

盐酸金刚烷胺(AMT)为抗震颤药和抗病毒药。可用于亚洲甲-Ⅱ型流行性感胃的预防和早期治疗,是AMT糖浆的主要成分。该制剂上海市、浙江省药品标准均有收载,其含量测定均采用有机溶剂萃取后的高氯酸非水溶液滴定法^[1,2]。其他测定方法尚未见报道。本文采用酸性染料与有机碱定量形成离子对的原理^[3],使AMT与溴甲酚绿(BCG)定量生成稳定的络合物,经氯仿萃取后,于415nm波长处测定含量,方法简便,结果满意,辅料无干扰。

一、试药和仪器

AMT糖浆:市售品,批号920301、930226、930224、930118。AMT精制品:取AMT(东北制药厂产,批号920601)用乙醇重结晶2次后,测定其含量^[4]为99.6%;试剂:均为AR级。

UV-265FW型分光光度计,日本岛津产。

二、方法与结果

(二)吸收光谱的测定 取经105℃干燥1h的AMT精制品约50mg,精密称定,置100ml量瓶中,加醋酸-醋酸钠缓冲液(pH4.5)使溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取10ml,置另一100ml量瓶中,加上上述缓冲液至刻度,摇匀。精密量取1ml,置具塞试管中,加BCG溶液(取BCG50mg,加上上述缓冲液溶解使成100ml,必要时滤过)2.5ml,混匀,精密加氯仿10ml,密塞振摇1min,静置10min,候分层后,弃去上层水溶液,加无水

硫酸钠1g,振摇脱水后,在300~500nm波长范围内扫描,结果AMT在331nm和415nm波长处有最大吸收。见图1。

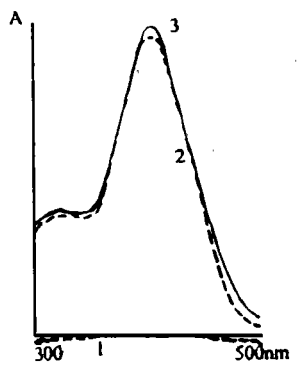


图1 吸收光谱图

1. 辅料溶液 2. 对照品溶液
3. 供试品溶液

(二)测定波长的选择

对照品溶液的制备:取上述吸收光谱的测定项下的溶液作为对照品溶液。

供试品溶液的制备:精密称取AMT精制品50mg,按处方配比取辅料适量模拟配料后,照吸收光谱测定项下方法配制。

辅料溶液的配制:精密取相当于10ml糖浆量的处方辅料,照上法配制。

精密量取上述三种溶液各1ml,分别置具塞试管中,照吸收光谱的测定项下的方法,自“加BCG溶液2.5ml”起,依法操作,扫描结果表明,辅料在415nm波长处无干扰,见图1。选择415nm作为测定波长。

(三)吸收度与浓度的关系

精密称取 105℃ 干燥至恒重的 AMT 精制品适量, 加上上述缓冲液溶解并稀释成 50 μ g/ml, 精密量取 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0ml 分别置具塞试管中, 依次加 BCG 溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml 混匀, 照吸收光谱测定项下的方法, 自“精密加氯仿 10ml”起, 依法操作, 在 415nm 波长处测定吸收度, 所得数据经统计学处理得回归方程:

$$C(\mu\text{g/ml}) = 11.28A + 1.329 \quad r = 0.9993$$

结果表明: AMT 浓度在 2~10 μ g/ml 范围内, 吸收度与浓度呈良好的线性关系。

(四) 缓冲液 pH 的影响

分别配制枸橼酸 - 磷酸氢二钠溶液 (pH4.0)、醋酸 - 醋酸钠缓冲溶液 (pH4.5)、磷酸盐缓冲液 (pH5.8), 照吸收光谱测定项下的方法操作, 结果 pH4.5 时效果最佳。

(五) 酸性染料的选择

取溴酚蓝、溴麝香草酚蓝、BCG, 分别用上述缓冲液 (pH4.5) 配成溶液, 照吸收光谱测定项下的方法操作, 结果以 BCG 为好。

(六) 稳定性试验

取吸收光谱测定项下的测定液, 于 0、10、30、60min 时测定吸收度, 结果无变化, 表明溶液在 60min 内稳定。

(七) 回收率试验

取 105℃ 干燥至恒重的 AMT 精制品约 50mg, 精密称定, 按处方比例精密加入辅料, 照吸收光谱测定项下的方法, 自“加 BCG 溶液 2.5ml”起, 依法操作, 测得平均回收率为 100.3%, RSD 为 0.30% (n=5)。

(八) 样品的测定

对照品溶液的制备: 精密称取 105℃ 干燥至恒重的 AMT 精制品适量, 加上上述缓冲

液 (pH4.5) 溶解并稀释成 50 μ g/ml 的溶液。

供试品溶液的制备: 用内容移液管精密量取 AMT 糖浆 5ml (相当于 AMT25mg), 置 50ml 量瓶中, 用上述缓冲液少量荡洗移液管内壁, 洗液并入量瓶中, 加上上述缓冲液至刻度, 摇匀。精密量取 5ml, 置另一 50ml 量瓶中, 加上上述缓冲液至刻度, 摇匀。

表 1 含量测定结果 (标示量%, n=3)

批号	比色法	标准法
920301	95.4	94.8
930226	99.0	99.4
930224	98.0	98.0
930118	100.1	99.9

测定法: 精密量取对照品溶液和供试品溶液各 1ml, 分别置具塞试管中, 照吸收光谱测定项下的方法, 自“加 BCG 溶液 2.5ml”起, 依法操作, 于 415nm 处测定吸收度, 所得结果与上海市药品标准方法比较, 结果见表 1。

三、讨论

AMT 为三环癸烷 - 1 - 胺盐酸盐, 分子中无共轭双键, 紫外区无吸收。本文采用 BCG 与 AMT 形成离子对后用氯仿提取, 作比色法测定含量, 方法简便, 测定液在 1h 内稳定, 辅料不干扰, 经与标准法对照, 结果满意, 故可作为 AMT 糖浆剂的含量测定方法。但操作中应注意氯仿提取液必须脱水完全, 否则将影响测定结果的准确性。

参考文献

- [1] 上海市药品标准 . 1993: 221
- [2] 浙江省药品标准 . 1993: 572
- [3] 安登魁主编 . 药物分析 . 北京: 人民卫生出版社 . 1986: 147
- [4] 中国药典 . 二部 . 1995: 656