

李糖及几乎不溶于水又无旋光的槲皮素, 经过滤就可将槲皮素除去, 然后测定溶液中的两种糖的旋光度, 再通过计算就可获得芦丁的含量。

芦丁酸水解后生成的葡萄糖和鼠李糖是等分子数的, 但百分浓度则不同, 根据混合糖旋光度的计算⁽²⁾原则, 可求得等分子数葡萄糖和鼠李糖的浓度:

$$C_M = \frac{100 \cdot \alpha}{\frac{[\alpha]_G + 164.15/180.16[\alpha]_R}{2} \cdot L}$$

$$= \frac{3.3167 \cdot \alpha}{L}$$

$$[\alpha]_G = +52.20$$

$$[\alpha]_R = +8.90$$

通过貳与糖的重量比关系, 乘上这个关系因子就可获得芦丁的浓度:

$$C_{Ru} = C_M \cdot \frac{MW_{Ru}}{MW_G + MW_R} = 1.7731 C_M$$

$$MW_{Ru} = 610.51$$

$$MW_G = 180.16$$

$$MW_R = 160.15$$

根据百分含量的计算原理, 综合以上两式, 得芦丁百分含量的计算公式如下:

$$R_u \% = \frac{C_{Ru} \cdot V}{W} \times 100\%$$

$$= \frac{3.3167 \cdot \alpha}{L} \times \frac{1.7731 \cdot V}{W}$$

$$= \frac{5.8809 \cdot \alpha \cdot V}{L \cdot W}$$

α : 芦丁酸水解液测得的旋光度

V: 芦丁酸水解液的总体积 (ml) 数

W: 芦丁的取量 (g)

L: 旋光管的长度 (dm)

二、实验结果

硫酸为化学纯, 旋光仪为上海光学仪器修理厂生产的WZZ-1自动指示旋光仪。

芦丁用60倍2.0%的硫酸直火回流水解一小时, 放冷后过滤, 沉淀用水充分洗涤, 滤液和洗涤液混匀后测旋光, 根据公式计算, 即得芦丁的百分含量

实验结果比较

编号	紫外法	旋光法	旋光法 $\times 1.0885$	相对平均偏差*
1	99.04	90.92	98.97	-0.04%
2	95.00	85.69	93.27	-0.92%
3	93.00	84.66	92.15	-0.46%
4	86.58	79.11	86.11	-0.28%
5	94.40	86.09	93.70	-0.37%

* 紫外法与旋光法 $\times 1.0885$ 的相对平均偏差。

三、小 结

此法测得的含量为无水芦丁, 若按部颁标准规定的话, 芦丁应含三分子结晶水, 计算时则需乘上一个结晶水因数1.0885。

络合光谱吸收法测定的部位是黄酮母核, 即芦丁、次貳、貳元都有吸收, 所以含量易出现偏高; 而酸水解—旋光法只测定芦丁及次貳组份上的葡萄糖和鼠李糖, 相对地讲含量应稍偏低, 实验结果与

此也很符合。微量的次貳和貳元可能是槐米在贮存期间或用水提取时芦丁发生了酶解所生成的产物。

其次酸水解的时间不能短于一小时, 否则水解不完全而导致含量的偏低。

参 考 文 献

[1] 中华人民共和国卫生部: 药品标准, 1963年版人民卫生出版社, 126页

[2] 廖耀中: 药学通报, 1987, 22(1), 41

葡萄糖注射液旋光度变化因素的探讨

解放军第211医院 范素琴 张树本 聂凤文 延红

葡萄糖注射液是临床治疗中最常用的制剂, 《中国药典》1985年版规定, 用旋光度法测定其含量。

在实际工作中葡萄糖溶解时温度和放置时间等因素对葡萄糖注射液的旋光度影响较大, 为了找出适宜

的测定条件,笔者进行了实验和观察。

一、实验用药品及仪器

注射用葡萄糖东北制药总厂产品

Wzz-2型自动旋光仪

25型酸度计

二、实验方法与结果

葡萄糖注射液的含量测定方法,按《中国药典》1985年版所规定的方法进行测定。

(一) 温度对旋光度变化的影响

四组实验分别精密称取葡萄糖适量,置100ml容量瓶中,再分别加入36℃、40℃、50℃的热蒸馏水,葡萄糖溶解后加水至刻度摇均匀。第一组放置15分钟后即按药典规定的方法测定旋光度 α 值。后三组分别置水浴上在30℃、40℃、50℃下保持15分钟后迅速冷至20℃后,按药典方法测定旋光度 α 值。

实验结果表明:不论是5%葡萄糖注射液或10%葡萄糖注射液,随着温度的升高,其旋光度 α 值越接近稳定的旋光度 α 值。

(二) 时间对旋光度变化的影响

将上述四组葡萄糖注射液在第一次测定后,再分别每间隔30分钟测定一次旋光度 α 值,共测定六次。

实验结果表明:所配制的5%葡萄糖注射液和10%葡萄糖注射液都随着放置时间的延长,旋光度的 α 值逐渐下降,越来越接近稳定时的旋光度 α 值,同时放置时间的长短与对应所测得的旋光度 α 值之间有着较好的相关性,第一组 $r=0.9781$;第二组 $r=0.9606$;第三组 $r=0.9267$ 第四组 $r=0.9575$,由此也可看出温度与时间是相互影响的。

(三) 调整pH值对旋光度变化的影响

按常规方法配制5%与10%两种浓度的葡萄糖注射液,每种浓度都分成两组,一组不调pH值,其pH值为6左右,另一组用盐酸调整使其pH值达4左右,分别放置30分钟和24小时后测定其旋光度 α 值。

从实验结果可看出,调整pH值的葡萄糖注射液旋光度 α 值略高于不调整pH值的葡萄糖注射液

旋光度 α 值,但相差不大($P>0.05$),可见pH值在4~6之间对旋光度 α 值的影响不大。

(四) 高压灭菌对旋光度变化的影响

取上述5%与10%葡萄糖注射液,调整pH值的与未调整pH值的各二份,每种一份放置24小时后测定其旋光度 α 值,另一份按葡萄糖注射液常规高压灭菌方法灭菌。灭菌后放置24小时测定其旋光度 α 值。

实验结果表明,按葡萄糖注射液常规方法高压灭菌的与不灭菌的两者所测得的旋光度 α 值,无显著差异($P>0.05$),实验说明高压灭菌对葡萄糖注射液旋光度的影响不大。

讨 论

药用的葡萄糖为含一个结晶水的白色结晶或颗粒性粉末,无臭、味甜、有引湿性,易溶于水(1:1)。在水溶液中醛式D(+)-葡萄糖、 α -D(+)-葡萄糖及 β -D(+)-葡萄糖三种异构体呈平衡状态存在。此时葡萄糖的比旋度为+52.5或+53°,通常滴加少量氨试液加速达到平衡,再测定比旋度计算其含量。

从本实验结果可以看出葡萄糖水溶液中三种异构体达到平衡时受温度、时间、pH值、高压灭菌等因素影响,温度高时葡萄糖三种异构体达到平衡来得快,所需时间短;温度低时葡萄糖三种异构体达到平衡来得慢,所需时间则长。pH值与高压灭菌对平衡也有一定的影响,但影响葡萄糖三种异构体达到平衡的主要因素是温度与时间。

新配制的葡萄糖溶液,在三种异构体没有达到平衡状态前,如测定旋光度 α 值则会因时间不同得到不同的旋光度 α 值,容易出现假象,给工作造成差错。为了保证制剂质量,提高工作效率,我们建议在配制5%或10%葡萄糖注射液溶解葡萄糖时,应加热到50℃以上并保持15分钟以上再测含量,这样葡萄糖变旋可基本完全;否则所测含量易不准,造成制剂不合格。如无夹层锅一次加热大量溶液有困难,亦可先配成少量的高浓液体,浓配时将高浓度的葡萄糖液在高压锅内加热到100℃以上保持15分钟,稀释后再测定含量也可保证质量。