

前、柱后衍生化方法的操作繁琐等缺点^[4]。本文以亚铈离子作为流动相平衡离子,使检测在短波长处进行,避免了其他杂质的干扰,也使制剂中的其他成分(如葡萄糖、甘露醇)等的干扰降低到最小。

待测离子的保留时间随着流动中亚铈离子浓度增加而缩短但分离度变差;随着乙腈浓度的增加保留时间延长但分离度变好;pH值的增加使保留时间缩短同时分离度变差,尤其是对钠和钾离子分离影响更大。实验中对各因素对分析时间及分离度影响进行了综合分析,选择了本实验的色谱条件,虽然钠与钾、钙与镁离子的分离还不十分完全,但分析时间比较适中,否则分析时间将大大延长。

测定钠和钾离子时在可能检出待测离子的前提下应尽量稀释样品,否则制剂中其他成分将影响到它们的检出;另外如果制剂中钠与钾、钙与镁浓度相差太大时,应加入与浓

度较低离子相同离子以使浓度差变小,以防止由于高浓度离子峰对低浓度离子峰的遮盖而使其无法检出,文献^[5]也有相同的结论。

本方法的测定结果与滴定法相比无显著性差异,原子吸收分光光度法与滴定法相比有显著性差异,适于作为钠、钾、钙、镁离子的常规定量方法。

参考文献

- [1]中国人民解放军总后勤部卫生部. 中国人民解放军医疗单位制剂规范. 北京:人民军医出版社,1993:462
- [2]济南军区后勤部卫生部. 医院制剂操作技术. 济南:山东科学技术出版社,1992:421
- [3]Jeffrey H, Toesi JI. Comparison of inorganic mobile counterions for cationic indirect photometric chromatography. *Anal Chem*, 1987;47(3):490
- [4]周炜,刘文英,安登魁. 高效液相色谱间接光度检测法及其应用. *国外医学(药学分册)*, 1991;18(5):269
- [5]王白露,程辉跃,吴蔚,等. 间接光度色谱法测定血定安溶液中钠、钙、镁的含量. *药物分析杂志*, 1996;16(4):241

桔痔液中小檗碱的含量测定

傅龙根 李 昆 宋彦蓉

(武警江西总队医院药局 南昌 330001)

摘要 本文采用薄层扫描法可不经分离直接测定桔痔液中小檗碱的含量。测定波长为 340nm, 平均回收率为 99.4%, RSD 为 1.2% (n=6)。此法具有简便、快速、准确等优点。

关键词 薄层扫描法;小檗碱;含量测定;桔痔液

Determination of the contents of berberine in kr zhi injection

Fu Longgen, Li Kun, Song Yanrong

(Department of Pharmacy, Jiangxi Provincial Corps Hospital,
Chinese People's Armed Police Forces nanchan 330001)

ABSTRACT A dual wavelength TLC-scanning method was successfully used without separation for the determination of berberine in ku zhi injection. The wavelength of determination was 340nm, the average recovery was 99.4%, RSD was 1.2% (n=6). The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS dual wavelength TLC-scanning method, berberine, determination of content, Ku zhi injection

枯痔液为我院的自制制剂,用于治疗各种类型的痔疮。由大黄、黄连等中药组成。为了控制其质量,我们采用薄层扫描法直接测定小檗碱的含量。此法具有简便、快速、结果准确的特点。

一、仪器与药品

日本岛津 CS-930 双波长薄层扫描仪; PBQ-I 薄层自动铺板器(四川重庆); SD3200 超声波清洗器(上海必能信超声有限公司);定量毛细管(美国);紫外检测仪。

盐酸小檗碱标准品(中国药品生物制品检定所);枯痔液(本院自制);硅胶 G(青岛海洋化工厂);所用试剂均为分析纯。

薄层板:用硅胶 G 加 0.5% 羧酸纤维素钠水溶液(1:2.5, w/v),用薄层自动铺板器制备厚度(干)为 0.3mm 的 20×10cm 的薄层板,晾干,于 110℃ 活化 1h,备用。

二、实验与结果

(一)扫描条件及仪器参数 样品测定波长 $\lambda_s = 340\text{nm}$, 参比波长 $\lambda_R = 300\text{nm}$ (见图 1),狭缝 1.2×1.2mm,线性化参数 SX=3,灵敏度中。

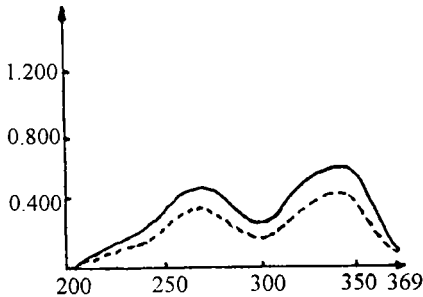


图 1 光谱扫描图

1. 盐酸小檗碱 2. 样品

(二)标准曲线的绘制 精密称取盐酸小檗碱标准品 5mg,用甲醇溶解并定容至 10ml,得标准品溶液。分别吸取 1、2、3、4、5 μl 于薄层板上,用展开剂苯-乙酸-乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨水(6:3:1.5:1.5:0.5)^[1]展开,展距 8cm,于紫外灯(365nm)下定位,进行扫描测定。结果在 0.5~2.5 μg 范围内呈线性关系,回归方程:

$$C = 3.795 \times 10^{-5} A - 0.1116, r = 0.999, n = 4.$$

(三)稳定性试验 吸取标准品溶液点于薄层板上,按上述条件展开,0.5、1、1.5、2、3h 各测一次,结果表明盐酸小檗碱的扫描面积在 0.5~3h 内稳定, CV=0.78%。

(四)样品测定 精密吸取枯痔液 2ml,用 5g 硅藻土吸附后干燥。在上述硅藻土中加稀盐酸 1ml。用超声波提取至无色(约 6 次,每次用甲醇 25ml),过滤,滤液浓缩并用甲醇定容至 10ml,作为供试品溶液。吸取上述标准品溶液 1、3 μl ,供试品溶液 3 μl ,点于同一薄层板上,按标准曲线项下条件展开,扫描测定。结果见表 1。

表 1 样品中盐酸小檗碱的含量(n=6)

批号	含量(g/ml)	RSD(%)
950410	0.1690	1.78
950418	0.1483	2.31
950502	0.1626	1.00

(五)回收率试验 采用加样回收试验法,取已知含量的枯痔液 2ml,分别添加盐酸小檗碱 2mg,按含量测定项下方法提取、定容、点样、展开,扫描测定。结果见表 2。

表 2 加样回收率测定结果

编号	标准品加入量(μg)	测得量	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
1	0.6	0.604	100.7		
2	0.6	0.593	98.8		
3	0.6	0.601	100.2		
4	0.6	0.601	100.2	99.4	1.20
5	0.6	0.585	97.5		
6	0.6	0.594	99.0		

三、讨论

本文采用双波长薄层扫描测定本制剂中的小檗碱含量在 $0.5 \sim 2.5 \mu\text{g}$ 范围内呈良好线性关系。回收率 99.4%，结果稳定，方法

简便、快速准确，重复性好。可作为本制剂质量控制方法。

参考文献

- [1] 卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典. 中药薄层色谱彩色图集. 广东科技出版社. 1993:22

褶合光谱分析法测定盐酸苯海拉明糖浆的含量

吴晓放 黄衍民 蒋同林

(解放军第 456 医院 济南 250031)

摘要 本文采用褶合光谱分析法不经分离直接测定了盐酸苯海拉明的含量,具有操作简便,省时,结果准确等优点,适于制剂的质量控制。本实验平均回收率为 100.00%,RSD 为 0.08%。

关键词 褶合光谱分析法;盐酸苯海拉明;单糖浆;含量测定

Quantitative determination of diphenhydramine hydrochloride syrup by convolution curve method

Wu Xiaofang, Huang Yanmin, Jiang Tonglin

(PLA 456th Hospital Jinan 250031)

ABSTRACT This paper reported the determination of diphenhydramine hydrochloride syrup by the convolution curve method and without prior separation. The results showed that this method was simple, rapid, and accurate. It suits to quality control and rapid analysis of the product. The average recovery rates and RSD of diphenhydramine hydrochloride were as follows: 100.00%, 0.08%.

KEY WORDS the convolution curve method, diphenhydramine hydrochloride, simple syrup, quantitative analysis

盐酸苯海拉明糖浆是一种抗组胺药,用于治疗过敏性疾病及晕动病等,为医院常用制剂。其含量测定方法有中和法^[1],但终点变色不敏锐,误差较大,改为十二烷基磺酸钠二相滴定法^[2],但操作繁琐,费时。文献报道有采用紫外分光光度法^[3],但为了避免糖浆及其他杂质的干扰,需采用提取分离后再测定,程序相当复杂。本文采用褶合光谱分析法不经分离直接测定制剂中盐酸苯海拉明的含量,方法简便快速,结果准确。

一、原理

褶合光谱分析法是一种新的数学变换方法,它采用类似多项式回归的褶合变换技术,将物质对光吸收特性的变化,以数学分量($Q_0 \sim Q_5$)的形式分离提取出来,并记录各数学分量随平均波长的变化轨迹,构成一种由成百上千条褶合曲线组合起来的新光谱体系。通过褶合变换,将吸光度与浓度之间的定量关系转换成各数学分量与浓度之间的定量关系,是褶合光谱法定量分析的基础。对单组分测定,只要用于定量的待测组分的数学分量不同于干扰组分的数学分量,褶合光