

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

谱分析法就可以消除干扰影响。因此混浊样品的背景干扰总是可以消除的。同时,本方法可自动选择并建立线性关系最好,灵敏度最高的回归方程来计算待测单组分浓度。

二、仪器、试剂和药品

UV/VIS-WC型褶合光谱仪(第二军医大学研制);盐酸苯海拉明(药品),盐酸(分析纯)。

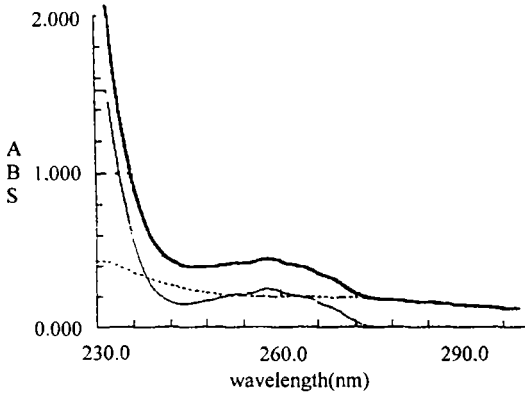


图1 盐酸苯海拉明、单糖浆及两者混合液的吸收曲线

---单糖浆 —盐酸苯海拉明 —混合物

三、吸收光谱的绘制

以0.1mol/L盐酸溶液为空白,按处方比例配制单糖浆(0.068ml/ml),盐酸苯海拉明溶液(0.16mg/ml)及两者混合溶液,以溶剂为空白,测定上述各溶液在波长230~300nm的紫外吸收光谱,见图1。

由图可以看出单糖浆对盐酸苯海拉明测定有干扰。

四、最佳测定条件选择

(一)贮备液的配制 精密称取盐酸苯海拉明0.1g,量取单糖浆约42.5ml,各置入50ml的容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,备用。

(二)模拟样品的配制 精密量取盐酸苯海拉明贮备液1.80, 1.90, 2.00, 2.10, 2.20ml,各置入25ml的容量瓶中,同时按处方比例分别加入单糖浆贮备液,并用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,共配制5份

模拟样品。

(三)回收率试验 以0.1mol/L盐酸溶液为空白,将上述模拟样品液在230~300nm波长范围内扫描测定,并通过褶合光谱仪联机扫描功能采集236~276nm,间隔1nm吸收度信息,并由该仪器单组分定量分析功能系统计算盐酸苯海拉明的回收率。见表1。

表1 盐酸苯海拉明的回收率试验

编号	加入量 (mg/ml)	测得量 (mg/ml)	回收率 (%)
1	0.1440	0.1439	99.94
2	0.1520	0.1522	100.12
3	0.1600	0.1600	100.00
4	0.1600	0.1670	99.90
5	0.1760	0.1761	100.05
ER (%)			100.00
RSD (%)			0.08

由此选择出最佳测试条件为 $N=26, j=1$, 工作曲线回归方程:

$$Q_j = 0.04851 + 1724C + 1.914C^2, r = 0.9999.$$

绘出的最佳褶合光谱见图2。

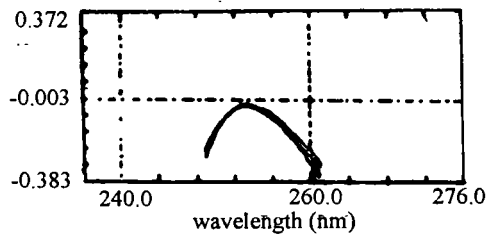


图2 苯海拉明最佳褶合光谱图

五、样品测定

按处方^[2]准确投料,制备3批样品,各精密取2.0ml,置25ml的容量瓶中,用少量溶剂洗出移液管内壁的附着液,洗液并入容量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,按回收率试验项下操作,测定盐酸苯海拉明的含量。同时,按双相滴定法^[2]进行测定比较,其结果见表2。

六、讨论

1. 从盐酸苯海拉明糖浆中单糖浆和盐酸苯海拉明的吸收光谱来看,两者光谱吸收强度基本相等,且完全重叠,但单糖浆的吸收

光谱较待测组分盐酸苯海拉明吸收光谱简单,即干扰组分单糖浆的数学分量小,采用褶合光谱分析法可以在干扰组分共存条件下,不经分离,通过褶合变换消除单糖浆的干扰,从而对盐酸苯海拉明进行准确测定。方法简便快速。

表 2 三批样品中盐酸苯海拉明的测定结果(标示量%)

批 次	褶合光谱法	双相滴定法(文献法)
1	100.10	98.92
2	98.81	98.53
3	99.94	100.14

2. 由于盐酸苯海拉明糖浆所含糖浓度高,粘度大,在用移液管取样时,当放完样品后,一定要用少量溶剂洗出移液管内壁残留的附着液,并入样品中,这样可以减少取样误差,保证结果准确。

参考文献

[1] 济南部队后勤部卫生部编. 药局操作手册, 第一版. 济南: 山东科技出版社, 1982: 202~3
 [2] 中国人民解放军总后勤部卫生部编. 医疗单位制剂规范. 北京: 人民军医出版社, 1993: 106
 [3] 程一兰. 盐酸苯海拉明糖浆的紫外分光光度测定法. 中国医院药学杂志, 1986; 6(9): 35~6

猪胆膏有效成分含量测定的研究

王志华 郭 莉 刘瑞明 庄 炜

(南京军区南京总医院中山制药厂 南京 210012)

摘要 采用薄层扫描法测定猪胆膏中有效成分猪去氧胆酸的含量,方法简便,可靠,适用于对猪胆膏的质量控制。

关键词 猪胆膏;质量控制;薄层扫描法

猪胆为一常用中药,功能清热、润燥、解毒。现代医学研究表明,其有镇咳、平喘、消炎、抗过敏、抑菌作用^[1]。猪胆膏由新鲜猪胆收集后取其胆汁,经过滤、浓缩、干燥而加工制成。由于猪胆膏的生产工艺简单,所含成分较复杂,久放常易发酵变质,使有效成分降低。现有猪胆膏质量标准^[2]尚缺乏切实可行的测定含量的方法,我们以猪胆膏所含有效成分猪去氧胆酸为指标,建立薄层扫描的方法测定含量,提高了猪胆膏的质量标准。

一、仪器、材料与试剂

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津);SPU-I 喷雾显色器(日本岛津);薄层自动铺板器、混浆器(重庆南岸新力实验电器厂);微量点样毛细管(Drummond Sc Co USA);薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂)。

猪去氧胆酸标准对照品(购自美国 Sigma 公司,纯度 > 98%);猪胆膏(3 批均购自江苏省南通市食品公司);所有试剂均为分析纯。

二、实验方法

(一)薄层板的制备 取硅胶 G,加入 0.5% CMC-Na 水溶液混匀铺板,室温晾干,105℃活化 30min。

(二)展开剂 正己烷-醋酸乙酯-冰醋酸-正丁醇(15:7.5:2:0.75),展距 8cm。

(三)显色剂 5% 磷钼酸乙醇溶液。显色后于 110℃烘约 5min,至斑点显色清晰。

(四)扫描条件及仪器参数^[3] 单波长反射式锯齿扫描,测定波长 $\lambda = 680\text{nm}$, SX = 3,狭缝 $1.25 \times 1.25\text{mm}^2$,纸速 20mm/min,灵敏度中。由于猪去氧胆酸斑点分离较好,斑