

表 2 回收率试验结果

投入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$	RSD(%)
0.016	0.01613	100.81		
0.032	0.03189	99.65		
0.048	0.04775	99.48	99.85	0.54
0.064	0.06375	99.61		
0.08	0.07975	99.69		

表 3 放置时间对吸收度影响

序号	0h	2h	4h	6h	
标准品液	1	0.235	0.235	0.243	0.259
	2	0.312	0.314	0.322	0.350
	3	0.561	0.560	0.570	0.590
样品液	1	0.219	0.230	0.240	0.259
	2	0.342	0.243	0.253	0.375
	3	0.348	0.348	0.357	0.378

(五)稳定性试验 将配制好的标准品和样品测定液,分别在 0、2、4、6 小时测定吸收度,结果表明在 2 小时内稳定。见表 3。

### 3. 讨论

按药典方法测定一份样品需 4 小时左右,本法约需半小时,两法测定结果基本上一致。本法具有设备简单,操作简便、快速、准确、灵敏度高,重现性好等优点。便于大批测定工作的进行,具有实用意义。本法在显色时,加入聚乙烯醇溶液,可稳定茆氏试剂与氨

形成的胶状络合物,使测定液透明、稳定。本法还为较为复杂的有机含氮药物,如含氮杂环、生物碱、某些抗生素、维生素(如 VitB<sub>1</sub>)等的含量测定方法的改进与设计提供了依据。

### 参考文献

- [1]李崇俊等·沈阳药学院学报,1987;(3):184
- [2]杨建发等·食品与发酵工业,1992;(1):33
- [3]张梅生等·医药工业,1979;(2):45

## 一阶导数光谱法测定烧伤Ⅱ号酊中盐酸小檗碱的含量

吴延晖 张增巧 邵广洲

(空军天津医院药剂科 天津 300381)

**摘要** 本文采用一阶导数光谱法可不经分离直接测定烧伤Ⅱ号酊中小檗碱的含量。测定波长为 361.3nm,平均回收率为 99.97%,RSD 为 0.47%(n=5)。此法具有简便、快速、准确等优点。

**关键词** 一阶导数光谱法;小檗碱;烧伤Ⅱ号酊

## Quantitative determination of berberine hydrochloride in shaoshang I hao tincture by first derivative UV-spectrophotometry

Wu Yanhui, Zhang Zengqiao, Shao Guangzhou

(Department of Pharmacy, Airforce Hospital of TianJin, Tianjin 300381)

**ABSTRACT** A first derivative UV-spectrophotometric method was successfully used without separation for the determination of berberine in shaoshang I hao tincture. The wavelength of determination was 361.3nm. the average recovery was 99.97%, RSD was 0.47% (n=5). The method is simple, rapid and accurate.

**KEY WORDS** first derivative UV-spectrophotometry, berberine, Shaoshang I hao tincture

烧伤 I 号酊为我院的自制制剂,用于 I 度、深 I、II 度烧伤、烫伤等。其处方是由榆树皮粉、黄柏皮粉经 80%乙醇浸渍制得。其中黄柏中小檗碱的含量测定有文献<sup>[1]</sup>报导用比色法,但该法操作繁琐费时,测定结果易受一些因素干扰,不能完全满足快速检验的需要。为此本文采用一阶导数光谱法直接测定小檗碱的含量,具有简便、快速、结果准确的特点,符合医院快检的要求。

### 一、仪器与试剂

岛津 UV-2201 分光光度计。

盐酸小檗碱标准品(中国药品生物制品检定所 713-9404);无水乙醇(分析纯,天津化学试剂二厂)。

### 二、方法与结果

1. 光谱绘制 取处方量的黄柏、榆树皮,用 80%乙醇回流提取,浓缩,得到黄柏液、榆树皮液及烧伤 I 号酊。称取小檗碱适量,经无水乙醇稀释后得到 10mg/L 的溶液,并将上述 3 种溶液进行稀释。以无水乙醇为空白,将此 4 种溶液于 200~400nm 绘制零阶光谱(见图 1),300~400nm 绘制一阶导数光谱(见图 2),由图可见,榆树皮对黄柏的直接测定有干扰,而小檗碱一阶导数光谱于 361.3nm 有明显的波谷峰,榆树在此处无干扰。

2. 一阶导数光谱参数 波长范围 300~

400nm,选择谷零法,以 361.3nm 处的 CALC·ABS 为定量依据,Δλ 为 2nm。

3. 标准曲线制备 精密称取 105℃干燥至恒重的盐酸小檗碱适量,经无水乙醇稀释后得到 20mg/L 的标准液,取此液 2、2.5、3、3.5、4ml 于 5ml 量瓶中,稀至刻度,摇匀,以谷零法测定 361.3nm 处 CALC·ABS,求得直线方程:  $C = -0.2643 - 23.53 \text{CALC} \cdot \text{ABS}$ ,  $r = -0.9997$  (n=5),线性范围 8~16mg/L。

4. 回收率测定 精取两份样品,一份经稀释作空白,另一份加入不同量的标准品进行同体积稀释,于 361.3nm 测 CALC·ABS,代入直线方程计算回收率,得到平均回收率为 99.97%,RSD 为 0.47% (n=5)。

5. 样品测定 分别取 941003,940326,950311 三批样品进行稀释测定,得到浓度分别为 871.2mg/L,RSD 为 0.19%;28.81mg/L,RSD 为 0.39%;29.61mg/L,RSD 为 0.36% (n=3)。三批样品浓度均大于要求的浓度 116.0mg/L。

### 三、讨论

1. 本文采用一阶导数光谱法可不经分离直接测定烧伤 I 号酊中小檗碱的含量,与提取比色法相比更加快速,结果准确可靠。

2. 本文试用甲醇为溶剂<sup>[2]</sup>,其图谱与无水乙醇一致,但甲醇毒性较大,故避免使用。

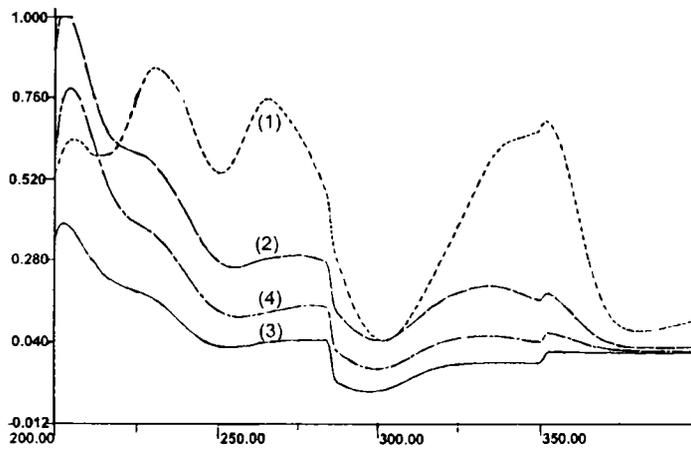


图 1 盐酸小檗碱(1)黄柏(2)榆树皮(3)烧伤二号(4)的零阶光谱

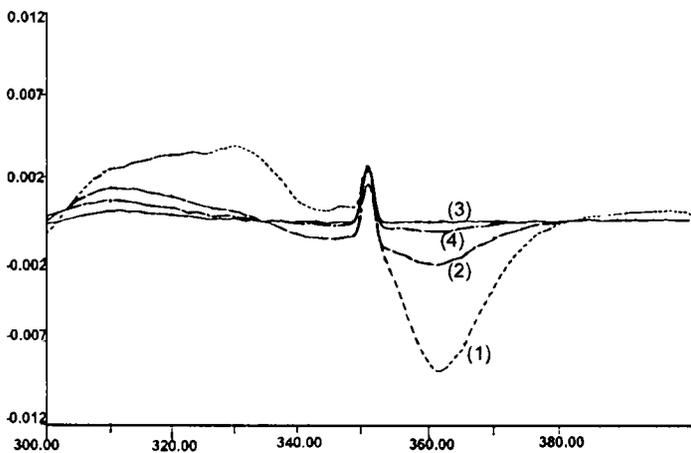


图 2 (1)、(2)、(3)、(4)的一阶导数光谱

参考文献

[1]中国人民解放军总后勤部卫生部. 中草药制剂汇编: 346~50

[2]宋爱华,李雪梅,高光恩. 一阶导数紫外光谱法测定三妙丸中小檗碱的含量. 沈阳药学院学报. 1994;11(3): 165

(上接第 379 页)

ADR 监察、研究工作和对 ADR 受害者给予适当的救济。该项基金即是由药品生产企业所提供的,1981 年前企业提供的资金最多时为销售额的 1%,1982 年后规定为 0.1%<sup>[2]</sup>。我国可根据国情确定适当的比例。

ADR 监察工作在我国刚刚起步,有许多问题有待解决。为了确保 ADR 监察工作持

续、有效、深入地开展下去,笔者认为以上几点是必须给予足够重视、认真解决的问题。

参考文献

[1]王士凡,孙定人编辑. 药物不良反应. 第 1 版. 北京: 人民卫生出版社,1988:16  
[2]朱永琪. 充分发挥生产企业在药品不良反应监察工作中的重要作用. 药物流行病学杂志. 1993,2(1):1~4