

3.2 加样回收率试验 分别精密量取对照品溶液(a)1.6、1.8和2.0mL各3份,置10mL量瓶中,分别加入格列齐特0.20g,按2.2.2测定方法进行测定,结果平均回收率为99.21%, $RSD = 1.7\%$ ($n = 9$)。

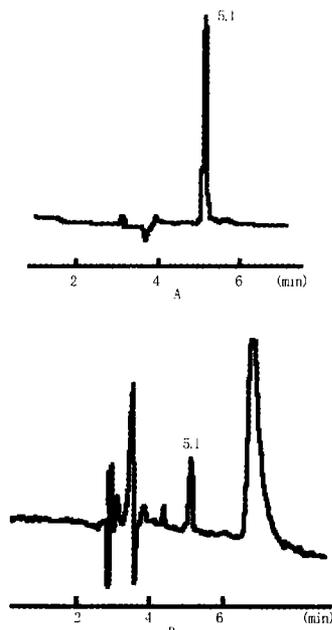


图1 对照品及样品中亚硝酸盐色谱图
A-对照品;B-样品

3.3 精密度试验 取本品(批号:03040201)5份,按2.2.2项测得 $RSD = 5.65\%$ 。

3.4 最低检测浓度 信噪比为4.8时,最低检测浓度为 $0.04\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.5 样品测定结果 按2.1项的色谱条件,理论板数按 NO_2^- 峰计算应不低于6000, NO_2^- 峰与其他峰的分度应符合要求。

精密称取格列齐特0.2g,按2.2.2项制成样品溶液,另取对照品溶液(b)分别进样分析,计算样品中 NO_2^- 的残留量,结果见表1。

表1 样品中 NO_2^- 残留量测定结果

批号	NO_2^- 量(ppm)
03040201	5.81
03040202	2.84
03040903	4.32

4 讨论

4.1 本法为微量检查法,长时间测定溶液中高浓度的格列齐特和其他大分子物质对电极有钝化作用,应及时清洗,保持电极的灵敏。

4.2 样品溶液经过固相萃取(分子筛)后,可以除去格列齐特和其他大分子物质,其测定结果与本法一致,色谱图见图2。

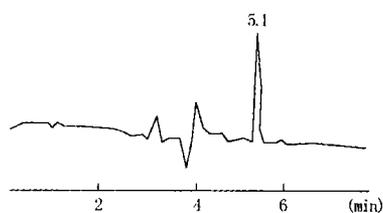


图2 样品萃取后亚硝酸盐色谱图

4.3 流动相pH对峰形的影响 用pH值5的流动相测定,结果 NO_2^- 峰有拖尾,用pH值3~4的流动相测定,结果 NO_2^- 峰前移,影响分离效果。pH为4.3时,分离效果好,峰形理想。

参考文献:

- [1] EP 2002[S]2002:999.
- [2] Krause R. High-performance liquid chromatographic determination of aryl N-methylcabamate residue using post-column hydrolysis electrochemical detection[J]. Chromatogr, 1988, 442:333.

收稿日期:2003-11-13

三元络合物比色法测定复方苦参洗剂中小檗碱的含量

龙小华, 厉 辉, 黄 嵘(长沙市第四医院, 湖南长沙410006)

摘要 目的:建立三元络合物比色法测定复方苦参洗剂中小檗碱的含量,为制剂质量控制提供依据。方法:小檗碱在pH值为6.7的溶液中,可与溴酚蓝、奎宁形成三元络合物,经氯仿提取,在610nm波长处测定吸光度。结果:小檗碱在0.8~4mg/L范围有良好的线性关系($r = 0.9999$),平均回收率为98.65%, RSD 为1.12%。结论:本方法准确,灵敏度好,可用于复方苦参洗剂等中药制剂中小檗碱的含量测定。

关键词 复方苦参洗剂;小檗碱;三元络合物比色法;含量测定

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)05-0294-03

作者简介:龙小华(1967-),男,理学学士,主管药师,执业药师。

Tel:13007421075,(0731)8853294

Determination of berberine in compound *Sophora flavescens* lotions by three variables complex chromatometry

LONG Xiao-hua, LI Hui, HUANG Rong (The Fourth Hospital of Changsha, Changsha 410006, China)

ABSTRACT Objective: To establish three variables complex chromatometry for the determination of berberine in compound *Sophora flavescens* lotions. **Methods:** The berberine formed three variables complex with bromophenol blue and quinine in pH 6.7, then it was withdrawn with chloroform. The detection wavelength was 610nm. **Results:** The linear range of berberine was the 0.8 ~ 4mg/L ($r = 0.9999$), the average recovery was 98.65%, RSD was 1.12%. **Conclusion:** The method had a good sensitive, and reproducibility. It can be used for determination of berberine in compound *sophora flavescens* lotions.

KEY WORDS compound *Sophora flavescens* lotions; berberine; three variables complex chromatometry; determination of content

复方苦参洗剂系我院研制的中药制剂,由苦参、黄柏、蛇床子、地肤子、艾叶等生药组成,具有清热解毒、燥湿祛风、杀虫止痒之功效,临床用于多种皮炎及妇科感染。本品主药苦参、黄柏的有效成分分别为苦参碱、小檗碱等多种生物碱^[1],据文献报道^[2],小檗碱在 pH 值为 6.7 的溶液中,可与溴酚蓝、奎宁形成三元络合物,经氯仿提取,在 610nm 波长处有最大吸收,本试验建立了三元络合物比色法测定复方苦参洗剂中小檗碱的含量,专属性强,灵敏度高,样品中其它成分无干扰,现报道如下。

1 试剂与仪器

1.1 试剂 盐酸小檗碱对照品(0713-9906 中国药品生物制品检定所提供);复方苦参洗剂(批号 20030218, 20030229, 20030321, 本院自制);其他试剂均为分析纯。

1.2 仪器 UV-2102PCS 紫外分光光度计(上海尤尼柯);BS-210S 电子分析天平(德国赛多利斯);ZF-3300D 超声波清洗器(上海能必信)。

2 方法与结果

2.1 试液与标准溶液的配制

2.1.1 磷酸盐缓冲液 取 0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液 50mL,加 0.2mol/L 氢氧化钠溶液 22mL,加水至 200mL 并调节 pH 值至 6.7。

2.1.2 0.001mol/L 溴酚蓝缓冲溶液(BPB) 精密称取溴酚蓝 68mg,置 100mL 量瓶中,加 0.2mol/L 氢氧化钠 12mL 使溶,加 0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液 25mL,加水至刻度,移至分液漏斗,加氯仿 20mL,振摇 5min,分取水层。

2.1.3 0.001mol/L 奎宁标准溶液(QUN) 精密称取硫酸奎宁 33mg,加 5% 碳酸钠溶液 5mL 使溶,水浴蒸干,加无水乙醇 30mL,过滤,用乙醇洗涤滤器 3 次,合并洗液滤液,加无水乙醇至 100mL。

2.1.4 0.000 25mol/L 小檗碱标准溶液(BBR)

取 105℃ 干燥 5h 的盐酸小檗碱对照品(含量为 98.14%),精密称取 3.10mg,加 5% 碳酸钠溶液 5mL 使溶,水浴蒸干,干燥,冷后精密加入无水乙醇 25mL 使溶,过滤,密塞备用(按小檗碱计, $C = 0.1\text{mg/mL}$)。

2.2 标准曲线的绘制与稳定性试验 量取磷酸盐缓冲液(pH 值 6.7)5mL 6 份分别置锥形瓶中,分别精密加入 BPB 与 QUN 溶液各 1mL,再分别精密加入 BBR 标准液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL,精密加入氯仿 25mL,精密称定后超声波处理 10min,放冷,精密称定并用氯仿补充减失的重量,分取氯仿层,加 0.2g 无水硫酸钠,振摇,取上清液,在 500 ~ 700nm 波长范围内扫描,得光谱图;以未加 BBR 标准液同法处理的氯仿为空白,取扫描所得最大吸收峰值(610nm)为测定波长,分别测定吸收度,并以浓度(按小檗碱计)对吸收度作线性回归,得标准曲线方程: $A = 0.1824C - 0.0035$ ($r = 0.9999$),线性范围:0.8 ~ 4mg/L。

取上述各梯度溶液于 1h, 2h 后再分别测定吸收度,结果表明检测液 2h 内吸收度基本无变化。

2.3 样品中的小檗碱含量测定 精密量取复方苦参洗剂 1mL,加入 5% 碳酸钠溶液 5mL,水浴蒸干,加氯仿 20mL,超声波处理 10min,过滤,蒸干,残渣用无水乙醇溶解,并稀释至 20mL。精密量取稀释液 1mL 置锥形瓶中,加磷酸盐缓冲液(pH 值 6.7)5mL,再精密加入 BPB 与 QUN 溶液各 1mL、氯仿 20mL,照“2.2”自“精密称定后超声波处理……”起同法操作,在 610nm 波长处测定吸收度,代入回归方程计算即得。同法处理的空白制剂(缺黄柏)在此波长处无吸收。

2.4 回收率试验 精密量取已知小檗碱含量(1.1mg/mL)的复方苦参洗剂 0.7 mL 3 份,精密加入 0.1mg/mL 的小檗碱标准溶液 5.5、3.3、1.1 mL,按“2.3”自“加 5% 碳酸钠溶液 5mL ……”起,分别同法操作,测定小檗碱含量,计算回收率、RSD,结果见表 1。

表1 小檗碱含量测定回收率试验 ($n=3$)

本底量 (mg)	加入量 (mg)	理论值 (mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.77	0.55	1.32	1.3015	98.60		
0.77	0.33	1.10	1.0976	99.78	98.65	1.12
0.77	0.11	0.88	0.8586	97.57		

3 讨论

溴酚蓝为二元弱酸,介质 pH 值为 3.8 时解离成 BPB^{-1} ,可与某些生物碱形成离子对,其氯仿提取液在 400~420nm 波长范围内有最大吸收,虽可用于含量测定但选择性差。溴酚蓝在 pH 值为 6.7 的介质中解离成 BPB^{-2} ,只有溴酚蓝和某些季铵碱如小檗

碱存在时不能被有机相提取,加入奎宁后才能形成稳定的三元络合物,并容易被氯仿提取,超声处理一次即可提取完全,在 610nm 波长处有强烈吸收。其它共存的非季铵碱类生物碱如苦参碱在此介质中难以形成离子对,也不能形成三元络合物,故不干扰小檗碱的含量测定。

参考文献:

- [1] 肖崇厚. 中药化学[M]. 上海:上海科学技术出版社,2000:142.
[2] 安登魁. 药物分析[M]. 济南:济南出版社,1994:1210.

收稿日期:2003-11-17

紫外分光光度法测定樟脑霜中樟脑的含量

沈丽萍, 邓筱华, 王 建(上海市浦东新区人民医院药剂科, 上海 201200)

摘要 目的:建立樟脑霜中樟脑的含量测定方法。方法:采用紫外分光光度法,以(289±1)nm 波长处测定剂中樟脑的含量。结果:樟脑含量在 1.28~3.84mg/mL 的浓度范围内,呈良好的线性关系($r=0.9999$),平均回收率 $101.7 \pm 0.4\%$,RSD 为 0.4%。结论:本法简单、准确,能够排除制剂中基质的干扰,可用于樟脑霜质量控制。

关键词 紫外分光光度法;樟脑霜;樟脑

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)05-0296-02

Determination of camphor in camphor cream by UV spectrophotometry

SHEN Li-ping, DENG Xiao-hua, WANG Jian (Pudong New Area People's Hospital, Shanghai 201200, China)

ABSTRACT Objective: To develop a method for determination of content of camphor in camphor cream. **Methods:** The content of camphor in camphor cream was determined by UV spectrophotometry. The detection wavelength was (289±1)nm. **Results:** There was a good linear relation between camphor content and Abs in the range of 1.28~3.84mg/mL. The average recovery was 101.7% with RSD of 0.4%. **Conclusion:** The method is simple and accurate.

KEY WORDS UV spectrophotometry; camphor cream; camphor

樟脑霜为皮肤刺激药,具有止痒,润肤作用,通常用于瘙痒症。在中华人民共和国药典 2000 版(二部)、中国医院制剂规范(第 2 版)及上海市医院制剂手册(第 3 版)中,只对樟脑进行鉴别,没有含量测定的方法。作为医院的自制制剂,为了进行质量控制,确保病人用药安全有效,我们利用紫外分光光度法,对其有效成分樟脑的含量测定方法进行了考察。

其处方组成为:樟脑 40g,十八醇 50g,硬脂酸 100g,凡士林 50g,石蜡油 150g;甘油 100g,十二烷基硫酸钠 3g,三乙醇胺 2mL,羟苯乙酯 1g,水适量,共制成 1 000g。

作者简介:沈丽萍(1963-),女,主管药师。Tel:(021)58981990×2120
E-mail: zsy26@citiz.net.

1 仪器与试剂

UV-2401 型紫外分光光度计(日本岛津);电子天平(梅特勒-托利 AE240);樟脑(苏州合成化工有限公司,批号 020906);羟苯乙酯(广东台山新宇制药,批号 021001),95%乙醇为分析纯。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择

2.1.1 樟脑 取樟脑约 0.2g(干燥器内放置 24h)精密称定,用适量的 95%乙醇溶解并转移至 100mL 量瓶中,加 95%乙醇至刻度,振摇,含量为 2mg/mL。

2.1.2 基质 取基质约 5g,精密称定,至 50mL 的