

紫外分光光度法测定增效黄连素片剂中 盐酸黄连素的含量

李 隆 张玉琢¹

(江苏射阳县药品检验所, 224300; ¹ 南京市向阳卫生院, 210024)

增效黄连素片是盐酸黄连素和甲氧苄胺嘧啶(TMP)两组分的复方制剂, 为肠道感染的常用药。江苏省药品标准(1986年)记载了该制剂, 规定用间接碘量法测定其中盐酸黄连素的含量, 该法需用两种标准溶液, 滴定结果需用空白试验校正, 且操作繁琐费时, 易增大系统误差。复方黄连素制剂中黄连素的测定方法除上述规定外, 文献报道的有: 片剂用二相滴定法^[1]; 胶囊剂用紫外分光光度法^[2]; 注射剂用双波长分光光度法^[3]等。本文根据盐酸黄连素和TMP的紫外光谱特征, 参考文献^[2,3], 采用紫外分光光度法, 使增效黄连素片剂中的两组分不经分离, 直接测定其盐酸黄连素的含量, 操作简便快速, 结果满意。

1 仪器与试药

紫外分光光度计(岛津 UV-250, 国产 750); 电动离心机(国产); 盐酸黄连素、TMP(对照品: 中国药品生物制品检定所; 原料: 符合中国药典 1990 年版规定); 增效黄连素片(射阳制药厂, 符合江苏省药品标准规定); 淀粉、滑石粉均为药用规格; 氢氧化钠(AR)。

2 吸收光谱的描绘及测定波长的选定

分别取盐酸黄连素、TMP 及全辅料适量, 分别加入适量的 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(以下称溶剂), 在水浴中加热溶解, 放冷并分别用溶剂稀释至适当浓度^[3], 以溶剂为空白, 在 400~200 nm 波长范围内扫描, 记录吸收光谱(见图 1)。盐酸黄连素在 344、262 和 230 nm 的波长处有最大吸收, 其中 262 和 230 nm 波长处的吸收与 TMP 重叠, 344 nm 波长处 TMP 无吸收。全辅料溶液经离心处理后, 在整个扫描波长范围内无吸收。本文选在 344 nm 为测定盐酸黄连素的工作波长。

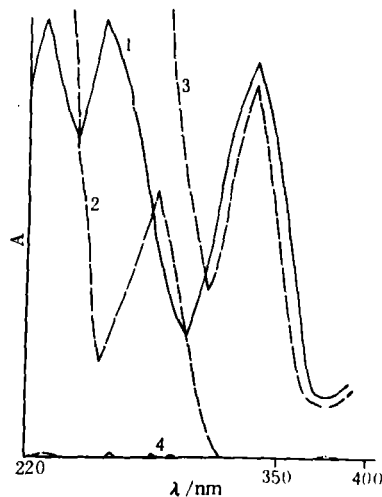


Fig 1. UV spectra of berberine hydrochloride and TMP.

1. berberine hydrochloride; 2. TMP; 3. berberine hydrochloride + excipient; 4. excipient

3 线性关系与稳定性试验

3.1 浓度与吸收度的关系

精密量取每 ml 含盐酸黄连素 250 μg 的溶液 2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、7.00 和 8.00 ml 分别置 100 ml 量瓶中, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀, 以溶剂为空白, 在 344 nm 的波长处分别测定吸收度。结果表明, 盐酸黄连素的浓度在 5~20 μg/ml 范围内与吸收度呈良好的线性关系, 其回归方程为: $C = 16.6613A - 0.3466$; $r = 0.9999$ ($n = 7$)。

3.2 稳定性试验

每 ml 含盐酸黄连素 10 μg 的溶液, 在室温(8~13℃)自然光下放置, 分别于 2、4、8、12 和 24 h 测定, 吸收度几乎无变化。

收稿日期 1993-03-19

4 回收率试验

精密称取约相当于 1 片量(100 mg)的盐酸黄连素,置 200 ml 烧杯中,模拟处方投入 1 片量的 TMP 和全辅料,加入溶剂约 150 ml 在水浴中加热,使可溶组分溶解,放冷,转移至 200 ml 量瓶中,烧杯用溶剂洗涤 3 次,每次约 10 ml,洗液并入量瓶中并用溶剂稀释至刻度,摇匀,取约 10 ml 置离心管中,用 4000 r/min 离心 15 min,精密吸取上清液 2.00 ml 置 100 ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,以溶剂为空白,在 344 nm 的波长处测定吸收度。将结果代入回归方程计算回收率。结果见表 1。

Tab 1. Recovery result of berberine hydrochloride

No.	Added, mg	Found, mg	Recovery, %
1	95.9	95.2	99.3
2	102.7	102.3	99.6
3	104.5	103.7	99.2
4	106.8	106.7	99.9
5	99.3	100.1	100.8
$\bar{x} \pm SD$	99.76 \pm 0.64		CV = 0.64%

5 样品测定

取增效黄连素片 10 片,剥去糖衣,精密称重,研细,精密称取约相当于盐酸黄连素 100 mg,按回收率项下测定其标示量百分含量,并与江苏省药品标准

(1986 年)比较,结果见表 2。

Tab 2. Determination result of sample (n=3) (%)

No.	This method	CV, %	Province standard method	CV, %
891213	98.3	0.49	97.8	0.87
891214	98.7	0.96	98.3	0.44
910306	99.9	0.25	100.3	1.05

6 讨论

6.1 由于供试品中含有不溶性辅料,按文献^[2,3]制成的供试液浑浊,经过滤或沉淀,可得澄清溶液。按文献^[1]用干燥滤纸滤过,取续滤液测定,结果回收率低(80%以下)且不稳定。表明滤纸对本法测定有较大影响。作者采用离心沉淀法去除辅料,结果满意。

6.2 本法与省标法对 3 个批号样品测定结果比较,经 *t* 检验,不存在显著性差异。且操作简便快速,认为可用于增效黄连素片中盐酸黄连素的含量测定。

参考文献

- 1 黄鑫镇. 二相滴定法测定复方黄连素片中黄连素的含量. 浙江医药, 1985; 2(4): 18
- 2 杨群英, 傅强, 杨广德等. 增效黄连素胶囊中两种组分的快速测定法. 西安医科大学学报, 1990; 11(1): 48
- 3 李淑芹, 李慧, 韩峰. 双波长分光光度法测定复方黄连素注射液的含量. 中国医院药学杂志, 1990; 10(1): 29

《中国药科大学校友录》出版发行

新版《中国药科大学校友录》已于近日出版发行。这是 1986 年编印的《南京药学院校友录》的改编、修订本。增加近年来毕业的新校友,并修订改变工作单位的校友地址。全书共收载校友 13000 名。为便于查阅和携带,全部校友名录分省市、按地区、分单位排列,印有地址、邮编、电话号码等,40 开,软精装。一册在手,走遍全国各地都可方便地与本校校友取得联系。每册 15 元(包括邮挂费)。欢迎广大校友订阅。

书款请寄:南京童家巷 24 号,中国药科大学期刊编辑部,邮政编码:210009。

银行帐号:中国银行南京城北办 830517014000