

通过上述样品前处理方法,很好的除去了杂质,使分离度和峰形都得到了改善。

本试验采用二极管阵列检测器对延胡索乙素对照品在 190~800 nm 波长内进行扫描,结果在 225 nm 和 281 nm 波长处有较明显的吸收峰。实验表明,在 225 nm 和 281 nm 波长处杂质吸收峰均很少,干扰较小,其中以 225 nm 吸收波长作为检测波长时,分析方法的灵敏度高,峰形良好。故本实验选定 225 nm 为检测波长。

本法以延胡索乙素为指标成分,测定雪胆胃

肠丸中延胡索的含量,重复性好,无杂质峰干扰,简便易行,准确可靠,因此可作为质量标准的控制指标。

REFERENCES

- [1] Jiangsu New Medical College. Traditional Chinese Medicine Dictionary (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publisher, 1986: 920.
- [2] LI Y, WANG J H, LAO S X, et al. Tetrahydropalmatine inhibit gastric acid secretion in isolated rat [J]. Chin Pharm Bull (中国药理学通报), 1993, 9(1): 44-47.

收稿日期: 2009-03-14

HPLC 测定烫伤合剂中盐酸小檗碱的含量

肖萍¹, 李文仕² (1.广西医科大学第四附属医院, 广西 柳州 545005; 2.广西百色食品药品检验所, 广西 百色 533000)

摘要: 目的 建立烫伤合剂中盐酸小檗碱的含量测定方法。方法 色谱柱为 Inertsil C₈₋₃ 柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流动相为 0.05 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钠溶液-乙腈-磷酸(70:30:0.08); 流速为 1 mL·min⁻¹, 柱温: 35 °C, 检测波长为 260 nm。结果 盐酸小檗碱在 5.28~52.8 mg·L⁻¹ 内峰面积与浓度呈良好的线性关系, $Y=2.45\times 10^4 X+4.91\times 10^3$ ($r=0.9994$), 平均回收率为 100.30%, RSD 为 1.24% ($n=6$)。结论 方法简便、准确、重复性好, 可作为控制产品质量的定量依据。

关键词: 烫伤合剂; 盐酸小檗碱; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101; R943.3

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)05-0439-03

Determination of Berberine Hydrochloride in Mixture for Burn and Scald by HPLC

XIAO Ping¹, LI Wenshi² (1. The Fourth Affiliated Hospital of Guangxi Medical University, Liuzhou 545005, China; 2. Institute for Drug Control of Baise, Baise 533000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the content of berberine hydrochloride in mixture for burn and scald. **METHODS** The content of berberine hydrochloride in mixture for burn and scald was determined by HPLC with Inertsil C₈₋₃ (4.6 mm×250 mm, 5 μm) column. The mobile phase was 0.05 mol·L⁻¹ sodium dihydrogen phosphate solution-acetonitrile-phosphoric (70:30:0.08) with a flow rate of 1 mL·min⁻¹, the column temperature was set at 35 °C and the wavelength of the detector was set at 260 nm. **RESULTS** The linear range was 5.28~52.8 mg·L⁻¹ and the correlation coefficient was 0.9994. The average recovery and the RSD were 100.30% and 1.24% ($n=6$). **CONCLUSION** The method is simple, accurate and repeatable. It is proved to be suitable for the quality control of mixture for burn and scald.

KEY WORDS: mixture for burn and scald; berberine hydrochloride; HPLC

烫伤合剂是我院自制的治疗烧烫伤的良药(批准文号:桂药制字 Z02060134), 处方由虎杖、地榆、功劳木、两面针等数味中药组成, 具有收敛止痛, 抑菌, 减少渗出, 促进伤口愈合等功效, 临床用于治疗 I 至 II 度烧烫伤, 疗效显著, 其中功劳木具有清热燥湿, 泻火解毒的药理作用^[1]。为达到更有效控制该制剂内在质量的目的, 笔者采

用高效液相色谱法测定制剂中功劳木活性成分之一盐酸小檗碱的含量, 该方法快捷、灵敏、准确, 适用于该制剂的快速含量分析。

1 仪器与试药

日本岛津 LC-10Avp 高效液相色谱仪 (LC-10AT 泵, SPD-10Avp 检测器, CBM-102 数据处理机, CS-Light 色谱数据工作站); BP211D 电

子天平(德国赛多利斯公司); 盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110713-200208, 供含量测定用); 烫伤合剂(本院制剂室配制, 500 mL·瓶⁻¹); 乙腈、甲醇为色谱纯, 其他试剂为分析纯, 水为注射用水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Inertsil C₈₋₃ 柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 0.05 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钠溶液-乙腈-磷酸(70:30:0.08), 流速: 1 mL·min⁻¹, 柱温: 35 ℃, 检测波长: 260 nm, 进样量: 20 μL。理论板数按盐酸小檗碱峰计算不低于 3 000。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取盐酸小檗碱对照品 13.20 mg, 置 25 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

精密吸取本品 2 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.4 阴性样品溶液制备及干扰试验

按烫伤合剂处方制备不含功劳木的阴性样品, 精密吸取 2 mL 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 进样测定, 记录色谱图。结果阴性样品溶液在盐酸小檗碱位置处无吸收峰出现, 即阴性无干扰。见图 1。

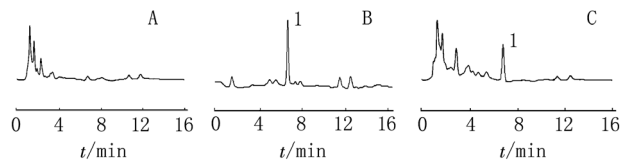


图 1 高效液相色谱图

A-阴性样品; B-对照品; C-样品; 1-盐酸小檗碱

Fig 1 HPLC chromatogram

A-blank sample; B-reference substance; C-sample; 1-berberine hydrochloride

2.5 线性关系考察

精密量取盐酸小檗碱对照品溶液 0.25, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL, 分别置于 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得含盐酸小檗碱 5.28, 10.56, 21.12, 31.68, 42.24, 52.8 mg·L⁻¹ 的对照品溶液, 进样测定, 以盐酸小檗碱的峰面积(Y)为纵坐标, 浓度(X)为横坐标进行回归, 得回归方程: $Y=2.45 \times 10^4 X + 4.91 \times 10^3$ ($r=0.999\ 4$), 线性范围为

5.28~52.8 mg·L⁻¹。

2.6 仪器精密度试验

取浓度为 21.12 mg·L⁻¹ 的对照品溶液, 连续测定 5 次, 盐酸小檗碱峰面积 RSD 为 0.82%, 表明仪器精密度良好。

2.7 重复性试验

取同一批供试品(批号: 080316), 按“2.3”项下方法平行制备 5 份供试品溶液, 照上述色谱条件测定烫伤合剂中盐酸小檗碱的含量, 结果测得平均含量为 0.387 g·L⁻¹, RSD 为 1.57%, 表明重复性良好。

2.8 稳定性试验

精密吸取同一批供试品溶液, 分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 进样测定, 盐酸小檗碱峰面积 RSD 为 1.41%。结果表明, 供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验

精密量取已知盐酸小檗碱含量的样品(批号: 080318, 含量: 0.432 g·L⁻¹)溶液 1.5 mL 置 50 mL 量瓶中, 分别加入浓度为 84.48 mg·L⁻¹ 的对照品溶液 1.5, 2.0, 2.5 mL, 加甲醇至刻度, 混匀, 用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 进样测定, 记录色谱图, 计算回收率。结果见表 1。

表 1 回收率试验结果(n=6)

Tab 1 Determination results of recovery test (n=6)

样品含 量/mg	加入 量/mg	测得 值/mg	回收 率/%	平均回 收率/%	RSD/%
0.648	0.127	0.777	101.57		
0.648	0.127	0.775	100.00		
0.648	0.169	0.816	99.41	100.30	1.24
0.648	0.169	0.820	101.78		
0.648	0.211	0.856	98.58		
0.648	0.211	0.860	100.47		

2.10 样品的含量测定

精密吸取烫伤合剂样品 2 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 进样测定, 记录色谱图, 每批样品重复 5 次, 按外标法以峰面积计算。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果 (n=5)

Tab 2 Determination results of sample (n=5)

批号	样品含量/g·L ⁻¹	RSD/%
080316	0.387	1.57
080318	0.432	0.85
080320	0.358	1.32

3 讨论

在样品处理中, 由于本品为液体剂型, 所测成分盐酸小檗碱在甲醇中溶解性好, 故可以直接用甲醇溶解, 测定, 其操作步骤简单, 被测组分分离较好。

在流动相的选择上, 本试验曾分别选用了乙腈-0.05 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钾缓冲液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)(30 : 70)^[2], 0.05 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钾(三乙胺调 pH 至 8.0)-乙腈(77 : 23)^[3], 乙腈-0.025 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钠-0.025 mol·L⁻¹ 十二烷基硫酸钠 (50 : 25 : 25)^[4]等多种溶剂系统, 发现 0.05 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钠溶液-乙腈-磷酸(70 : 30 : 0.08) 出峰时间合适, 峰形尖锐, 分离度及系统适用性较好, 故作为本试验的流动相。

在色谱柱的选择上, 采用 Kromasil C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)时杂质峰溶剂峰较多, 易受干扰; 采用 VP-ODS 柱(250 mm×4.6 mm,

5 μm)的出峰时间太长, 保留时间大约为 17 min; 而采用 Inertsil C₈₋₃ 柱盐酸小檗碱的保留时间为 6.5 min 左右, 出峰时间合适, 峰形较好, 分离度达到要求。

本实验采用 HPLC 测定烫伤合剂中盐酸小檗碱的含量, 方法简便、准确、重复性好, 可作为控制产品质量的定量依据。

REFERENCES

- [1] XIAO P G. Modern Chinese Materia Medica (新编中药志) [M]. Vol 3. Beijing: Chemical Industry Press, 2001: 701.
- [2] Ch.P (2005) Vol I (中国药典 2005 年版.一部)[S]. 2005: 58.
- [3] LIAO X W, LIU M, YU Q W, et al. Determination of the contents of berberine hydrochloride in Qingyan syrup by HPLC [J]. Chin J Hosp Pharm (中国医院药学杂志), 2006, 26(2): 230-231.
- [4] YU L, WANG X F, WANG J, et al. Determination of the contents of berberine hydrochloride in Shenshu granules by HPLC [J]. China Pharm (中国药师), 2007, 10(10): 996-997.

收稿日期: 2009-09-04

罗红霉素分子印迹聚合物的合成及其特性研究

贾宝秀¹, 孙晓业², 李玉琴^{1*}, 肖玉良¹, 郝吉福¹, 夏成才¹ (1.泰山医学院药学院, 山东 泰安 271016; 2.天津中医药大学, 天津 300193)

摘要: 目的 探讨采用分子印迹技术合成罗红霉素分子印迹聚合物的方法, 并对其特性进行研究。方法 以罗红霉素为模板分子, α-甲基丙烯酸为功能单体, 以乙二醇二甲基丙烯酸酯为交联剂, 采用分子印迹技术合成分子印迹聚合物。通过特异性吸附实验研究分子印迹聚合物的特性。结果 通过静态平衡吸附法研究了模板聚合物的结合动力学以及该聚合物的结合能力和选择特性, 通过 Scatchard 分析法研究了印迹聚合物对模板分子的结合特性, 经计算聚合物的最大表现结合量($Q_{\max}$)和平衡解离常数(K_d)分别为 90.3 mg·g⁻¹ 和 1.35 mg·mL⁻¹。结论 合成的分子印迹聚合物有形状、大小以及识别位点都与模板分子相匹配的空穴, 即具有印迹作用。

关键词: 分子印迹聚合物; 罗红霉素; 吸附; 功能单体

中图分类号: R927.2

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)05-0441-04

Synthesis and Evaluation of Molecularly Imprinting Polymer Using Roxithromycin as Template

JIA Baoxiu¹, SUN Xiaoye², LI Yuqin^{1*}, XIAO Yuliang¹, HAO Jifu¹, XIA Chengcai¹ (1.College of Pharmaceutical, Taishan Medical University, Tai'an 271016, China; 2.Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China)

ABCSTRACT: OBJECTIVE To synthesize molecularly imprinting polymer(MIP) for roxithromycin by using molecular imprinting technique(MIT), and study the characterisation of it. **METHODS** A MIP with special molecule recognition properties of roxithromycin was prepared by thermal polymerization in which roxithromycin as template molecule, α-methacrylic acid as functional monomer and ethylene glycol dimethacrylate as the crosslinker. **RESULTS** Equilibrium binding experiment was used

基金项目: 山东省教育厅(J09LF30)

作者简介: 贾宝秀, 女, 硕士, 讲师 Tel: (0538)6229753 E-mail: jiabaoxiu@163.com *通信作者: 李玉琴, 女, 博士, 副教授 Tel: (0538)6229753 E-mail: lqq29@163.com