

故本法可用于某些电活性物质的微量、超微量乃至痕量分析。

3. 本法较差示法提高了分析速度, 可在1滴汞上10s之内扫描完一张图谱。另外, 本法一般不需用缓冲液。其峰电势可做为物质的定性参考。

4. 由本法与药典法⁽⁵⁾对样品的测定结果表明: 本法准确度较高。并且本法设备制造价低廉, 便于自动化控制。

5. 滴汞间隔与富集时间对测定结果有一定影响, 故每次试验应保持一致。

6. 滴汞电极易堵塞, 完后应先用蒸馏水冲洗、用滤纸擦干后, 再降落汞瓶高度。

参比电极用完后应浸泡于蒸馏水中。

参 考 文 献

1. *Electroanalytical chemistry* 1979, 2: 141
2. 刘志红, 李修祿等; 药物分析杂志 1990; 1: 8
3. 徐礼桑, 张秀琴; 药学学报 1989, 8: 606
4. 安登魁主编. 药物分析, 第二版, 北京: 人民卫生出版社, 1986: 338~407
5. 中华人民共和国药典二部, 1985: 303~305
6. *The United States Pharmacopoeia* XIX, 1975: 227
7. *British Pharmacopoeia (I)*, 1980: 217

二阶导数分光光度法测定血浆中小檗碱的含量

上海市徐汇区中心医院 张 慧 洪有采 余 琛

小檗碱(Berberine)为异喹啉类生物碱, 在中草药中分布较广, 系黄连、黄柏的主要有效成分, 亦可人工合成。生物样本中小檗碱的测定方法有纸层析法⁽¹⁾, 纸层析—分光光度法⁽²⁾, 荧光分光光度法⁽³⁾, 气相色谱—质谱法⁽⁴⁾等。在这些方法中, 生物样本均需经过一系列的分离提取过程后, 方可进行定量测定。根据导数分光光度法可解决某些光谱干扰问题, 具有可消除基线干扰, 克服重叠吸收的影响, 能进行定量分析等特点, 我们采用二阶导数分光光度法消除血浆样品的背景吸收干扰, 定量测定血浆中小檗碱的含量。血浆样品经无水乙醇沉淀蛋白后, 无需进一步提取分离即可直接测定。

实验部份

一、仪器与试剂: 岛津UV-240·型分光光度计及OPM附件; 盐酸小檗碱(东北制药总厂赠送), 无水乙醇为分析纯。

二、仪器工作条件: 储存二阶导数光谱; 波长间隔($\Delta\lambda$) 4nm; 波长范围300~400nm, 中间波长(λ_m): $\lambda_{m1} = 353nm$, $\lambda_{m2} = 267nm$; 狭缝2nm; 吸收度范围 ± 0.02 ; 波长刻度20nm/cm; 中速扫描。

三、样品处理: 取血浆样品0.5ml, 加无水乙醇1.5ml, 旋涡混合15秒, 高速离心12000g \times 5min, 取上清液, 以无水乙醇为空白, 按上述条件进行二阶导数分光光度法测定。

结果与讨论

一、精密称取经100℃干燥5小时后盐酸小檗碱适量, 用无水乙醇配制成含小檗碱0.453mg/ml的标准液。取4.0ml塑料具塞离心管9支, 各加入健康人血浆0.5ml, 再分别加入标准液0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 μ l后, 按上述样品处理方法处理后测定。从振幅D ($D = 1A_{353nm} \times A_{367nm}$) 对小檗碱浓度进行最小二乘法回归处理。线

性回归方程为 $y = -0.0115 + 0.7174x$,
 $r = 0.9999$ 。

二、配制含小檗碱 $3.698 \mu\text{g}/\text{ml}$, $10.884 \mu\text{g}/\text{ml}$ 的血浆样品作批间日内精密度和批间日间精密度的试验。结果见表一。日内平均精密密度为 1.79% , 日间平均精密密度为 3.66% 。

表1 精密密度试验

加样量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	日内 (n=6)		日间 (n=3)	
	测定量 ($X \pm SD$)	CV (%)	测定量 ($X \pm SD$)	CV (%)
3.268	3.2916 ± 0.066	1.99	3.280 ± 0.118	3.59
10.884	9.936 ± 0.518	1.59	9.960 ± 0.372	3.73
		1.79		3.66

表2 回收率试验 (n=5)

加样量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测定量 ($X \pm SD$)	回收率 ($X \pm SD$)	平均回收率 (%)
1.814	1.811 ± 0.037	99.82 ± 2.06	95.03
3.628	3.308 ± 0.144	91.19 ± 3.97	
5.442	5.147 ± 0.112	94.58 ± 2.05	
7.256	6.878 ± 0.137	94.78 ± 1.89	
9.070	8.680 ± 0.117	95.71 ± 1.29	
10.884	10.256 ± 0.283	94.23 ± 2.60	95.03
12.698	12.081 ± 0.069	95.14 ± 0.54	
14.511	13.757 ± 0.168	94.80 ± 1.16	

精密配制含小檗碱 $1.814 \sim 14.511 \mu\text{g}/\text{ml}$ 的无水乙醇溶液, 依法进行二阶导数光谱测

定。以小檗碱乙醇溶液的测定值为 100% , 考察健康人血浆中加入小檗碱标准液后的回收率, 结果见表2。平均回收率为 95.03% 。

三、小檗碱的乙醇溶液在 267nm ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 769), 347nm ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 580), 426nm ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 125) 处分别具有最大吸收⁽⁵⁾。经无水乙醇直接沉淀蛋白后由上清液在 300nm 以下的基线干扰十分强烈, 故测定波长范围选用 $300 \sim 400 \text{nm}$ 。空白血浆由二阶导数光谱表明, 血浆样品基本上不干扰小檗碱的定量测定。

四、利用本法亦可对组织匀浆中的小檗碱的含量进行定量测定, 为检测生物样品中高浓度的小檗碱提供了方便。同时也可为进一步筛选生物样品中小檗碱的分离、净化与富集的方法提供一个简便、迅速、可靠的检测手段。

参考文献

1. 古冢敏夫: 大取医科大学杂志, 17(1): 19 (1957)
2. Koualewski Zdzislaw, et al: CA V37 5043
3. Bhide MB, et al: Ind Jour Med Res 57(11): 2128, 1969
4. Miyazaki Hiroshi et al: J Chromatogr 152(1): 79 1978
5. 沈克温等: 实用药物分离鉴定手册 第一版 北京人民军医出版社 1986; 266

高效液相色谱法测定复方新诺明片的含量

上海医科大学仪器分析中心室

刘德林 胡 斯* 丁秦雯

提要: 本文用高效液相色谱法, 采用国产填料 YWGC18 装填的色谱柱, 甲醇: 醋酸- NH_3 水缓冲液 (45:55) 为流动相, 非那西丁为内标, 对复方新诺明片中的磺胺甲基异恶唑和甲氧苄氨嘧啶进行含量测定, 并做线性关系和回收率测定, 方法简便、快速准确, 可作为复方新诺明片含量测定方法。

*上海医科大学药专业90届夜大毕业生。