二阶导数紫外光谱法分别测定复方间苯二酚洗剂中苯酚及间苯二酚的含量的研究

熊宝光　晏萍

（南昌铁路局中心医院　江西南昌 330003）

关键词：二阶导数紫外光谱法；复方间苯二酚洗剂；苯酚；间苯二酚；含量测定

中图分类号：R 927.2　　**文献标识码**：B　　**文献编号**：1671-4040(2005)01- 0068-02

苯酚及间苯二酚是医院普通制剂中常用的原料，在外用制剂中有杀菌作用。在本制剂中，《中国医院制剂规范》中规定，苯酚及间苯二酚的含量测定用溴量法[1]，而且只能测定苯酚及间苯二酚的总量。采用上述方法测定，操作繁琐费时，不能达到快速检验的目的。为此，本文建立二阶导数紫外光谱法分别测定复方间苯二酚洗剂中苯酚及间苯二酚的含量，简便，快速，结果准确，符合快检的要求。

1　仪器与试药

岛津 uv-160A 型紫外分光光度计，苯酚（分析纯，020501），间苯二酚（分析纯，020805）。

2　实验条件

2.1　苯酚吸收光谱　精密称取苯酚 100mg 置 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。再精密取此液 1mL 置 50mL 量瓶中，加水至刻度，摇匀。得每 mL 含苯酚 20μg 的溶液，取此液置 1cm 石英比色杯中，以配制的空白溶液作参比在 200~400nm 波长范围内进行扫描有最大吸收峰，与参考文献相同[1]。本文确定 270nm 为最大吸收峰。

2.2　间苯二酚吸收光谱　精密称取间苯二酚 100mg 置 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。再精密取此液 1mL 置 50mL 量瓶中，加水至刻度，摇匀。得每 mL 含间苯二酚 20μg 的溶液，取此液置 1cm 石英比色杯中，以配制的空白溶液作参比在 200~400nm 波长范围内进行扫描有最大吸收峰，与参考文献相同[1]。本文确定 274nm 为最大吸收峰。

2.3　苯酚及间苯二酚吸收光谱的选择　因为从苯酚及间苯二酚 0 阶导数吸收光谱来看，它们的吸收峰相差 4nm，绝大部分吸收光谱都重叠在一起，相互干扰没法进行定量分析。就必需对苯酚及间苯二酚吸收光谱进行技术再处理以满足定量分析的要求[2]。通过对苯酚及间苯二酚吸收光谱的一阶导数处理，仍然有部分吸收峰干扰[2]。通过对苯酚及间苯二酚吸收光谱的二阶导数处理，则完全排除了苯酚及间苯二酚吸收光谱的相互干扰。苯酚二阶导数光谱在 278nm 处有最大振幅，在 281nm 处振幅为 0。间苯二酚二阶导数光谱在 281nm 处有最大振幅，在 278nm 处振幅为 0。故把波长 278nm 作为苯酚二阶导数光谱的测定波长，把波长 281nm 作为间苯二酚的二阶导数光谱的测定波长。Dλ=1nm，因为苯酚及间苯二酚的二阶导数吸收光谱靠的比较近，为避免干扰采用峰零法。空白液一阶导数及二阶导数光谱与基线重合，故对测定不产生干扰。

剂的硅胶 G 薄层板上，以醋酸乙酯 - 甲醇 - 水（8 : 2 : 1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 4%对二甲氨基苯甲醛硫酸乙醇溶液（1→10），在 105℃加热至斑点显色清晰，放置 10min 检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。结果见图 3。

2.4　苦杏仁的 TLC 鉴别

2.4.1　供试品及对照品溶液的制备　取本品内容物 20g，研细，加甲醇 50mL，超声处理 30min，滤过，滤液蒸干。残渣加水 10mL 微热使溶解，放冷，全部通过已处理好的 D101 大孔吸附树脂柱（内径 15mm，高 10cm，加水 30mL 预洗 1 次）上，弃去水液，用氨溶液（4→100）30mL 洗脱，弃去氨液，再用水 30mL 洗脱，弃去水液，继用 20%乙醇 80mL 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1mL 使溶解，作为供试品溶液。另取苦杏仁甙对照品适量，加甲醇制成每 1mL 含 2mg 的溶液。

2.4.2　阴性对照溶液的制备　按处方比例称取除苦杏仁的其它药材，按本品制备工艺及供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。

2.4.3　薄层层析　吸取上述两种溶液各 5μL，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿 - 醋酸乙酯 - 甲醇 - 水（15 : 40 : 22 : 10）10℃以下放置 12h 的下层溶液 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点，结果见图 4。

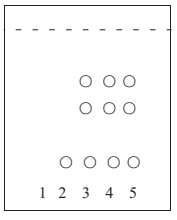

图 3　感冒清热颗粒 TLC 图

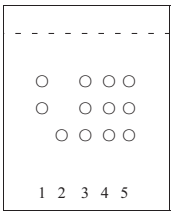

图 4　感冒清热颗粒 TLC 图

注：1 阴性对照，2 柴胡（图 3）对照药材、苦杏仁苷（图 4）对照品，3 ~ 5 感冒清热颗粒。

3　讨论

3.1　采用上述方法对感冒清热颗粒在不同温度、湿度条件下考察，均能检出与对照品或对照药材相同的斑点，薄层色谱鉴别重现性好。

3.2　我们对制剂中桔梗、白芷、芦根也进行了薄层鉴别研究，桔梗药材水解后可见明显斑点，但阴性对照出现干扰；白芷药材中含欧前胡素，由于欧前胡素水溶性差，经薄层鉴别斑点不清晰；芦根薄层鉴别未见特征斑点，其法有特于进一步研究。

（**收稿日期**：2004 -12-09）

半夏泻心汤治疗胃食管反流病的分析

张萍芳

（南京中医药大学　江苏南京 210029）

关键词：胃食管反流；半夏泻心汤；文献分析；理论研究；实验研究；评述

中图分类号 R 573.3+9　　**文献标识码** A　　**文献编号：** 1671-4040(2005)01- 0069-03

胃内容物（包括十二指肠液）反流入食管产生症状或并发症时，称为胃食管反流病 (gastroesophageal reflux disease，GERD)。其中酸（碱）反流导致的食管粘膜破损称为反流性食管炎(reflux esophagitis，RE)。西方国家本病十分常见，约占人群中 7%~22%；我国于 1997 年对北京、上海地区进行流行病学调查，发现本病患病率达 5.77%[1]。

1　现代医学观点

本病的病因与发病机制十分复杂，通常被认为是一个多因素疾病。可概括为：下食管括约肌 (lower esophageal sphincter，LES)的短暂松弛，导致胃食管反流或十二指肠胃食管反流，加之食管的蠕动异常，对反流物的清除能力下降，多种有害因子(包括胃酸、胃蛋白酶、胆汁酸及胰蛋白酶等)对食管粘膜造成损害。一过性下食管括约肌松弛 (transient lower esophageal sphincter relaxations，tLESRs) 是指非吞咽情况下 LES 发生自发性松弛，其松弛时间明显长于吞咽时 LES 松弛，可持续 8~10s,并常伴有胃食管反流。目前认为 tLESRs 是正常人生理性胃食管反流的主要原因，也是 LES 静息压力正常的患者主要发病机制。健康人绝大多数反流发生于 tLESR，但为时短暂，且食管体部和 LES 区域的清除能力完好，损伤较小。但患者的食管体部和 LES 区域的清除能力降低，使反流物的暴露时间延长，有害因子对食管粘膜的损伤增强。

3　苯酚浓度与吸收度的关系

精密称取苯酚适量，依本文吸收光谱的测定方法分别稀释成不同浓度的苯酚溶液，以空白溶液作参比，用 1cm 石英池在 278nm 波长处测定苯酚的二阶导数光谱吸收值，并根据数据绘图。结果表明在 10~60μg/mL 之间线性关系良好，符合比尔定律。把数据经回归处理，得回归方程：C=-0.3826—1912.78D，r=-0.9989。

4　间苯二酚浓度与吸收度的关系

精密称取间苯二酚适量，依本文吸收光谱的测定方法分别稀释成不同浓度的间苯二酚溶液，以空白溶液作参比，用 1cm 石英池在 281nm 波长处测定间苯二酚的二阶导数光谱吸收值，并根据数据绘图.结果表明在 10~60μg/mL 之间线性关系良好，符合比尔定律。把数据经回归处理，得回归方程：C=-0.1774—1310.96D，r=0.9998。

5　苯酚精密度测定

取不同浓度的苯酚液各 5 份，在 278nm 处测其吸收度，计算测定误差。结果见表 1。

表 1　精密度测定(n =5)

序号	浓度 /μg•mL^{-1}	吸收度	RSD/%
1	9.8	- 0.005	0.46
2	19.6	- 0.010	0.35
3	29.4	- 0.016	0.26
4	39.2	- 0.021	0.63
5	49.0	- 0.026	0.33
6	58.8	- 0.031	0.58

6　间苯二酚精密度测定

取不同浓度的间苯二酚液各 5 份，在 281nm 处测其吸收度，计算测定误差。结果见表 2。

表 2　精密度测定(n =5)

序号	浓度 /μg•mL^{-1}	吸收度	RSD/%
1	9.6	- 0.008	0.36
2	19.2	- 0.015	0.28
3	28.8	- 0.022	0.32
4	38.4	- 0.029	0.53
5	48.0	- 0.037	0.38
6	57.6	- 0.044	0.48

7　苯酚回收率试验

精密称取苯酚 5 份，准确稀释后于 278nm 波长处测定吸收度，并计算 5 次平均回收率为：99.32%，RSD 为 0.37%。

8　间苯二酚回收率试验

精密称取间苯二酚 5 份，准确稀释后于 281nm 波长处测定吸收度，并计算 5 次平均回收率为:99.67%，RSD 为 0.28%。

9　样品的含量测定

取实验室配制的复方间苯二酚洗剂 6 批，精密量取适量分别用水准确稀释至 6 种不同浓度。依法测定含量，6 批样品测得结果见表 3、表 4（n =5）。

表 3　苯二酚洗剂中苯酚含量测定

序号	样品 /μg•mL^{-1}	吸收值	测得量	标示量
1	20	-0.011	20.66	103.29
2	25	-0.013	24.48	97.93
3	30	-0.016	30.22	100.74
4	35	-0.019	35.96	102.74
5	40	-0.021	39.79	99.46
6	45	-0.024	45.52	101.16

表 4　苯二酚洗剂中间苯二酚含量测定

序号	样品 /μg•mL^{-1}	吸收值	测得量	标示量
1	20	- 0.015	19.49	97.43
2	25	- 0.019	24.73	98.92
3	30	- 0.023	29.97	99.92
4	35	- 0.027	35.22	100.62
5	40	- 0.031	40.46	101.16
6	45	- 0.035	45.71	101.56

10　讨论

二阶导数紫外光谱法分别测定复方间苯二酚洗剂中苯酚及间苯二酚的含量比溴量法简便、迅速，结果准确。可做为医院制剂的检测方法的参考。

参考文献

[1]中华人民共和国卫生部药政局.中国医院制剂规范[M].第 2 版.北京：中国医药科技出版社，1996.100

[2]安登魁. 药物分析[M].济南：济南出版社,1992.51

（**收稿日期：** 2004 -10-20）