

学、药学、冶金、硅酸盐,地球化学, 催化剂等各个方面。对各种材料的熔点, 玻璃化温度, 熔化热, 汽化热, 结晶热, 化学反应动力学过程, 都能得到较为满意的结果。特别值得注意的是热分析技术在药学领域的发展也是非常令人鼓舞的。它已广泛应用于药物学和制药工业以及药物分析等各个方面。如:

①药物的鉴别和表征、定量和定性分析; ②熔点和熔化热的测定(其中的熔点测定, 目前美国已把热分析所测的熔点作为药物的熔点标准而载入药典, 以淘汰传统的毛细管法); ③药物多晶型及晶型转变的研究; ④药物结晶水或吸附水的测定; ⑤药物的纯度测定; ⑥药物赋形剂的筛选及配伍禁忌的指示; ⑦药物稳定性的研究; ⑧药物热分解温度的测定; ⑨栓剂软化温度的测定。因此, 热分析技术的前途是广阔的。

用热分析技术测定反应动力学参数, 可分为等温法与非等温法二类, 前者是在等温条件下进行一系列实验来研究反应速度与机理, 后者则是在程序升温条件下, 直接从热分析曲线求取反应动力学参数并分析反应机制, 所用的方法有热重法, 导数热重法, DTA法和DSC法等。用DTA法求反应动力

学参数 Flynn和Wall、Barrall、Blazek与Weendlandt等均已作过报道。⁽²⁾ 尤其值得一提的是Kissinger⁽¹⁾提出的用DTA求活化能的理论和方法, 是唯一可以直接求出活化能而且计算比较方便的一种方法, 本文的工作也再一次证明Kissinger法简便实用, 重复性好。

本文的实验工作求得固体酮康唑热分解活化能为233.6KJ/mol, 说明固体酮康唑的化学稳定性是很好的, 这为抗真菌药物酮康唑的制剂稳定性提供了理论依据。

DTA是动态温度测定技术, 许多实验因素, 例如气氛种类, 流量、样品颗粒的大小, 坩埚的形状, 样品的重量等均可影响DTA曲线的峰形和位置。本文工作尽可能使上述因素固定, 一台仪器一人操作, 且只用一个批号的样品, 所以实验的重现性很好。

参 考 文 献

1. Kissinger, H. *Anal Chem* 1957; 29 (11): 1703~1706
2. 郑颀等, 上海第一医学院学报 1983, 10 (2): 113~117

双波长法测定新洁尔灭制剂的含量

解放军413医院 卞 俊

新洁尔灭溶液是常用的外用消毒剂, 用作器械消毒时, 常加入亚硝酸钠作防锈剂(1:5)。其含量测定方法有银量法⁽¹⁾、四苯硼钠法⁽²⁾等, 笔者根据光谱特点, 采用双波长等吸收点法, 以排除亚硝酸钠的干扰较准确地测定新洁尔灭含量, 结果满意。

仪器与试剂

UV-3000分光光度计(日本岛津公

司)。

751G分光光度计(上海分析仪器厂)。

新洁尔灭, 药用原料(上海第十七制药厂)。

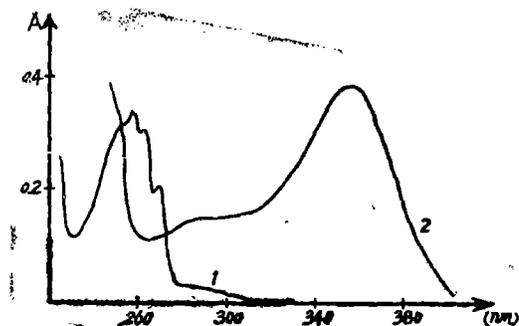
亚硝酸钠, 化学纯(徐州试剂厂)。

实验方法与结果

一、方法的建立

精密称取新洁尔灭、亚硝酸钠适量, 准

确配成新洁尔灭为0.24mg/ml, 亚硝酸钠为1.2mg/ml, 分别置1 cm石英杯中, 以蒸馏水为空白, 在200~400nm进行扫描, 吸收光谱见图1。



从图1可见, 新洁尔灭在256nm波长处有最大吸收与文献⁽³⁾报道一致, 而在308nm波长处吸收不明显, 亚硝酸钠在256nm波长亦有吸收, 与此波长处的等吸收点为308nm波长, 因此, 可用双波长等吸收点法测定新洁尔灭含量。

二、标准曲线的绘制

精密称取新洁尔灭0.2g, 亚硝酸钠1.0g置100ml容量瓶中(新洁尔灭可先在烧杯中用热蒸馏水溶解后转入), 加蒸馏水至刻度, 再准确吸取上液1、2、3、4、5ml分别置25ml容量瓶中, 各加蒸馏水至刻度, 取此5种不同浓度的溶液, 以256nm为样品测定波长, 308nm等吸收波长为参比波长, 并以蒸馏水为空白, 分别在256nm、308nm波长处测定吸收度 A_1 、 A_2 , 根据 $\Delta A = A_1 - A_2$ 计算 ΔA , 结果见表1, 以 ΔA 作直线回归。

表1 新洁尔溶液浓度与 ΔA 的关系

编号	1	2	3	4	5
浓度(mg/ml)	0.08	0.16	0.24	0.32	0.40
ΔA	0.115	0.220	0.334	0.441	0.544

结果表明新洁尔灭溶液浓度在0.08~0.4mg/ml范围内 ΔA 值线性关系良好, 符合朗伯比耳定律, 计算得回归方程 $\Delta A =$

$1.3487 + 0.0071$, 相关系数 $r = 0.99987$ 。

三、回收率试验

精密称取新洁尔灭, 亚硝酸钠适量, 准确配成含新洁尔灭0.16mg/ml, 亚硝酸钠0.8mg/ml的溶液6份, 以蒸馏水为空白, 分别在256nm和308nm波长处测吸收度 A_1 、 A_2 , 并计算 ΔA , 代入回归方程计算回收率, 结果见表2。

表2 回收率试验结果

编号	投入量(μ g)	测得量(μ g)	回收率(μ g)
1	160.00	162.30	101.44
2	160.00	160.82	100.51
3	160.00	160.08	100.05
4	160.00	160.08	100.05
5	160.00	161.56	100.98
6	160.00	160.82	100.51

$\bar{X}(\%) = 100.59$, $CV(\%) = 0.54$

四、样品测定

根据文献⁽⁴⁾处方配制0.1%新洁尔灭溶液(含亚硝酸钠0.5%)3份, 分别用银量法及本法测定含量。

1. 银量法根据文献⁽¹⁾方法进行。

2. 双波长分光光度法: 准确量取样品5ml置25ml容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 参照回收率测定步骤进行实验, 结果见表3。

表3 样品测定结果

批号	相当标示量(%)	
	双波长法	银量法
9001241	99.32	99.73
9001242	106.40	106.45
9001243	101.71	101.41

讨论

1. 用双波长法可排除亚硝酸钠干扰直接测定新洁尔灭含量, 具有简便、快速、准确等优点, 适用于药房快速分析。

2. 本实验的样品测定波长256nm处, 干扰组分亚硝酸钠为斜坡测定, 故波长误差

应尽可能小,以减少测定误差,实验时可随对照品试验加以避免。

致谢:本文承上海第二军医大学药学院药物分析教研室柳正良副教授指导。

参 考 文 献

1. 济南部队后勤部卫生部编. 药局技术操作手册

第1版. 济南: 山东科学技术出版社, 1982: 157

2. 湖南省卫生厅药政局. 医院制剂规范. 第2版. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1985: 55.

3. 沈克温等. 实用药物分离鉴定手册. 第1版. 北京: 人民军医出版社, 1986: 252

六味地黄口服液试制及丹皮酚含量的HPLC测定

解放军第88医院 赵志春 郭书英 俞惠琴

六味地黄丸是传统的滋阴补肾中成药,从近代临床报道来看,多用于治疗肾性高血压、糖尿病、慢性肾炎、慢性肝炎、慢性尿路感染、甲状腺机能亢进、神经衰弱等慢性病且伴有阴虚症候患者以及支气管哮喘和红斑狼疮等症。此外在妇科和五官科也有一定的发展性应用⁽¹⁾。但其通常的给药形式多为丸剂,这给患者在服用时带来不便。针对这一问题,我们进行了将其制成口服液的尝试。为了验证制成口服液后其中的主要成分是否与丸剂相当,我们用高效液相色谱法对其中的丹皮酚含量进行了初步测定。

实验部分

一、口服液配制

将六味中药粉碎成粗粉,用乙醇渗漉法提取;渗漉液减压回收乙醇至1:1.2(生药与渗漉液比W/V),加适量蒸馏水,静置36小时,滤过,滤液中加适量60%单糖浆和蒸馏水使成每10ml相当于蜜丸9克,调pH4.5~7,加5%对羟基苯甲酸乙酯醇溶液适量,搅匀,滤过,封装于10ml安瓶中,流通蒸汽100℃30min灭菌,印字包装。本品口感酸甜、微苦并具有中药的芳香气味。

二、丹皮酚含量测定

(一) 试药、仪器和色谱条件 丹皮酚对照品: 中国药品生物制品检定所。甲醇:(优级纯); 氯仿(分析纯)。

岛津LC-6A高效液相色谱仪; CR-3A色谱处理机; CLC-ODS柱(不锈钢150×6mm); 予柱(不锈钢50×6mm) YWG-C₁₈填料, 粒径150—170μm; 流动相: 80%甲醇; 流速: 1ml/min; 纸速: 5mm/min 检测灵敏度: 0.04AUFs; 室温21°±1℃操作。

(二) 标准曲线制备 精密称取丹皮酚对照品适量,配成0.04mg/ml甲醇溶液,分别进样2.5、5、10、15、20μl,记录色谱图,测量峰高值;以峰高为纵坐标,进样量为横坐标作图得标准曲线图,以峰高²对进样量回归得回归方程:

$$Y = 12.1459 \times + 0.0737$$

$$r = 0.999987$$

(三) 样品测定: 取2.5μl样品液,直接进样,记录色谱图,测得峰高,取4次平均值,用标准曲线或回归方程计算含量,多批号样品结果见表1:

表1 样品测定结果表

	881012	881103	881120	881229
含量(%)	0.0763	0.0865	0.0849	0.1021
C V (%)	2.54	2.89	3.53	1.99
n	4	4	4	4

(四) 回收率和精密度测定 取丹皮酚标准液和样品液,分别进样2.5μl,测量平均峰