

领域也远远不止于中(成)药,凡是介质复杂、组分性质差异大的样品,如生物体液样品、环境样品等都可望通过这一模式在不久的将来得到解决。

参考文献

- [1]卢佩章等. 高效液相色谱法及其专家系统. 沈阳. 辽宁科学技术出版社, 1992; 143
- [2]Glajch J. et al. Optimization of Solvent Strength and Selectivity for Reversed - phase Liquid Chromatography Using an Interactive Mixture - design Statistical Techque. J Chromatogr, 1980; 199; 57
- [3]吴文等. 高效液相色谱溶剂系统四面体优化法. 色谱, 1994; 12(5); 345
- [4]邹汉法等. 高效液相色谱法及其专家系统. 沈阳. 辽宁科学技术出版社. 1992. 305
- [5]Huang H. et al. An Intellegent Search Method for HPLC Optimization. J Chromatogr Sci, 1989, 27; 690
- [6]焦庆才等. 液固色谱中溶质保留规律的研究—多元流动相组成对保留值的影响. 分析化学, 1993; 21(12): 1392
- [7]邹汉法等. 与离子对试剂电荷相同的溶质和中性溶质的保留值变化规律式的验证. 色谱, 1992, 10(1): 1
- [8]Hogerdoorn et al. Application of HPLC Column - switching in Pesticide Residue Analysis. Fresenius J Anal Chem, 1991; 339; 348
- [9]Gross - Rhode C. et al. Column Switching Technique for Group - type Separation of Different PAH Classes by Use of C₁₈ - modified Silica and Polystyrene Packings. J Liq Chromatogr, 1990; 13; 3415
- [10]Verhagen L. C. et al. Analysis of E - 2 - Nonenal in Beer at the Ultra Trace Level by HPLC Using Precolumn Derivatization and Column Switching Technique. J Chromatogr, 1987; 393; 85
- [11]Ching Y. H. et al. Two - Dimensional HPLC Method to Assay p - Hydroxyphenylphenylhydantoin Enantiomers in Biological Fluids and Stereoselectivity of Enzyme Induction in Phenytoin Metabolism. J Chromatogr, 1992; 575; 109
- [12]梁鑫淼. 智能多模式多柱色谱系统及其联用技术. 色谱, 1995; 13(5); 307
- [13]Shigeru T. et al Electrokinetic Chromatography with Micellar solution and open - tubular capillary. Anal Chem 1985; 57; 834
- [14]Kazuhiro K. et al. Method for the Preparation of Internal - Surface Reversed - Phase Packing Materials Starting from Alkylsilylated Silica Gel. J Chromatogr, 1990; 515; 73
- [15]Arther C. L. et al. Solid Phase Microextraction with Thermal Desorption Using Fused Silica Optical Fibers. Anal Chem, 1992; 64; 1187
- [16]吴玉田等. 褶合光谱法与 UV/Vis - WCl 型褶合光谱仪研究. 第二军医大学学报, 1995; 16(6); 560
- [17]俞汝勤等. 含未知干扰物体系的多元光度分析的化学计量学算法. 分析化学, 1998; 17(6); 493

双波长紫外分光光度法测定双唑癬药水中益康唑克霉唑的含量

王桂芳 张守尧 沈霞 王秉均
(第一军医大学珠江医院 广州 510282)

摘要 本文采用双波长紫外分光光度法测定双唑癬药水中益康唑克霉唑的含量,方法简便,平均回收率及 RSD 分别为:100.4%, 0.8%; 100.8%, 0.6%。

关键词 双波长紫外分光光度法; 双唑癬药水; 益康唑; 克霉唑; 含量测定

Determination of econazole and clotrimazole in econazole and clotrimazole solution by dual - wavelength spectrophotometry

Wang Guifang, Zhang Shouyao, Shen Xia, Wang Bingjun
(Zhujiang Hospital, The First Military Medical University Guangzhou 510282)

ABSTRACT Two components of econazole and clotrimazole solution were determined by dual -

wavelength spectrophotometry method. The average recoveries and RSD were 100.36%, 0.74% for econazole and 100.76%, 0.53% for clotrimazole. The method was simple and accurate.

KEY WORDS dual - wavelength spectrophotometry, econazole, clotrimazole, econazole and clotrimazole solution, determination

益康唑克霉唑癣药水(双唑癣药水)是由中华人民共和国卫生部药政局编辑出版的《中国医院制剂规范》(西药制剂第二版)收录的制剂,每 100ml 中含益康唑、克霉唑各 0.5g,具有广谱抗霉菌作用,广泛应用于医院临床,用于治疗湿疹、头癣、体癣、手足癣等。该制剂一般由各院自制生产,由于《规范》中没有规定含量测定的方法,缺少严格的质控标准,难以控制制剂质量。本文根据我国医院现有仪器设备情况,建立了用双波长紫外分光光度法测定其各组含量的方法,操作简便,结果满意。

一、仪器与试剂

岛津 UV - 2100 紫外可见分光光度计;硝酸益康唑、克霉唑对照品为符合中国药典规格的原料;双唑癣药水为本院自制制剂;乙醇、二甲基亚砷均为分析纯试剂。

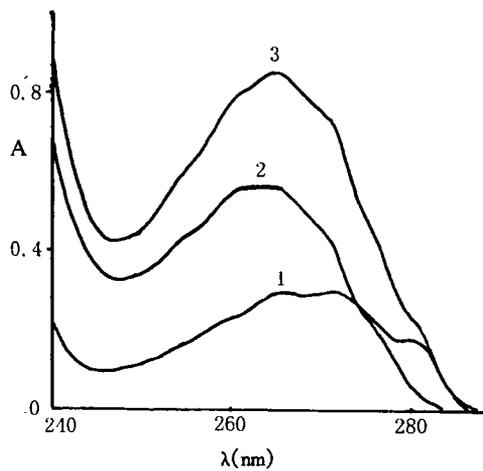
二、实验条件的选择

(一)酸性乙醇溶剂的配制

取无水乙醇 1000ml,加入盐酸 9ml,摇匀。

(二)测定波长的粗选

精密称取硝酸益康唑($C_{18}H_{15}Cl_3N_2O \cdot HNO_3$, 444.70)约 29mg, (相当于益康唑 $C_{18}H_{15}Cl_3N_2O$, 381.69 约 25mg)和克霉唑($C_{22}H_{17}ClN_2$, 344.84)约 25mg, 分别置 100ml 量瓶中,用酸性乙醇溶解后,加二甲亚砷 2ml,用酸性乙醇稀释至刻度,摇匀。分别测定其吸收光谱(见图 1)。由硝酸益康唑吸收光谱选择其测定波长为 266nm,在克霉唑光谱图中可寻找到该波长的等吸收点约为 260nm;同样,由克霉唑吸收光谱选择其测定波长为 264nm,在硝酸益康唑光谱图中可寻找到该波长的等吸收点约为 273nm。



附图 紫外吸收光谱

- 1. 硝酸益康唑
- 2. 克霉唑
- 3. 双唑癣药水

(三)测定波长的精选

精密称取 105℃干燥至恒重的硝酸益康唑约 0.58g(相当于益康唑约 0.5g),置 100ml 量瓶中,加酸性乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 2.0, 3.5, 5.0, 6.5, 8.0ml, 分别置 100ml 量瓶中,加二甲亚砷 2ml,用酸性乙醇稀释至刻度,摇匀,得硝酸益康唑系列浓度溶液。精密称取 105℃干燥至恒重的克霉唑约 0.5g,同法操作,得克霉唑系列浓度溶液。将以上两组溶液分别测定吸收光谱,得硝酸益康唑的平均最大吸收波长为 265.9nm,5 个浓度克霉唑溶液的平均等吸收波长为 260.2nm;克霉唑的平均最大吸收波长为 264.0nm,5 个浓度硝酸益康唑溶液的平均等吸收波长为 273.1nm。

(四)标准曲线的绘制

将(三)项下制成的各浓度硝酸益康唑溶液在 265.9nm 和 260.2nm 分别测定吸收度,计算 ΔA ,求得回归方程:

$$\Delta A = -0.002 + 0.219C \quad r = 0.9999$$

将各浓度克霉唑溶液在 264.0nm 和 273.1nm 分别测定吸收度, 计算 ΔA , 求得回归方程: $\Delta A = 0.002 + 0.956C \quad r = 0.9993$

由回归方程可知: 在 0.1 ~ 0.4mg/ml 范围内, 益康唑、克霉唑的吸收度与浓度的线性关系良好。

三、回收率测定

在吸收度与浓度的线性范围内, 配制 5 份硝酸益康唑和克霉唑以不同比例混合的模拟样品溶液, 分别于 265.9、260.2nm 和 264.0、273.1nm 测定吸收度, 求得相应的 ΔA 值, 分别代入上述得到的回归方程, 求得硝酸益康唑的平均回收率为 100.4%, RSD 为 0.8%, 克霉唑平均回收率为 100.8%, RSD 为 0.6%。

四、样品测定

精密量取样液 2ml, 置 100ml 量瓶中, 用酸性乙醇稀释至刻度, 摇匀, 按回收率测定项下的方法测定 ΔA , 由回归方程计算各组分的测定结果, 见表 1。

五、小结与讨论

表 1 样品测定结果(标示量%)

样品批号	益康唑	克霉唑
960912	99.7	100.3
961010	101.5	98.5
961123	100.7	100.3

《中国医院制剂规范》中记载的处方为每 100ml 中含益康唑、克霉唑各 0.5g, 而中国药典记载及市售的原料药物均为硝酸益康唑, 在配制及测定本制剂时均应根据实际情况进行换算。

以无水乙醇或酸性乙醇为溶剂时。组分的吸收光谱会有改变, 因而测定波长也应随着改变。本文以酸性乙醇为溶剂, 其作用是确保益康唑在测定过程中以盐的形式存在, 以使测定条件稳定。实验表明, 溶液配制后 6h 内测定, 结果不变。

在大于 260nm 的波长范围内, 二甲基亚砷几无吸收, 对测定无干扰。

参考文献

- [1] 中国医院制剂规范 .1995. 西药制剂第二版:28
- [2] 中国药典 .1995. 二部:265,883
- [3] 王泽民等 . 当代结构药物全集 . 北京:北京科技出版社,804,822

复方诺氟沙星软膏中两组分的含量测定

杨以真 冯皓

(浙江省台州医院 临海 317000)

摘要 测定复方诺氟沙星软膏中两组分含量, 为该制剂提供质量控制方法。根据诺氟沙星和克霉唑不同的溶剂选择性, 选用不同溶剂, 一次取样, 分别提取两组分。采用紫外分光光度法和双相溶液阴离子表面活性剂滴定法测定含量。诺氟沙星和克霉唑的平均回收率分别为 99.18% ($n = 4$ RSD 0.83%) 和 98.95% ($n = 4$ RSD 1.02%)。此法所需设备简易, 试剂易得, 方法简便快速, 适合医院制剂快检要求。

关键词 诺氟沙星; 克霉唑; 复方诺氟沙星软膏; 含量测定

Determination of two components in compound norfloxacin ointment

Yang Yizhen, Feng Hao

(Zhejiang Tai Zhou Hospital Linhai 317000)