

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

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)

ABSTRACT The determination of two components in compound norfloxacin ointment was established. According to different solvent selectivity of norfloxacin and clotrimazole, two components were extracted respectively with different solvents from one sample. They were determined by UV and double phase solution negative ion surfactants titration method. The average recoveries of norfloxacin and clotrimazole were 99.18% (n = 4. RSD 0.83%) and 98.95% (n = 4. RSD 1.02%) respectively. IN this method, equipments were simple and easy. Reagents were obtained easily. It is simple and rapid and suitable to analyse preparation(s) in the hospital.

KEY WORDS norfloxacin, clotrimazole, compound norfloxacin ointment, determination

由诺氟沙星(2%)和克霉唑(1.5%)组成的复方诺氟沙星软膏是我院烧伤科与制剂室共同研制,用于烧伤病人的外用制剂。对防止烧伤皮肤的细菌和真菌感染,促进皮肤结痂,加快新皮生长等均有显著疗效。为保证制剂质量,我们拟订了两成份含量测定方法。

一、仪器与试剂

751G 分光光度计(上海分析仪器厂);诺氟沙星原料(浙江新昌制药厂);克霉唑原料(山东北山制药厂);复方诺氟沙星软膏(本院自制);二甲基黄——溶剂蓝 19 指示液(按药典法配制);十二烷基硫酸钠溶液:取十二烷基硫酸钠 1.2g,加水适量与硫酸 2ml,使溶解,加水稀释成 1000ml,摇匀;硫酸溶液(1mol/L);氯仿(分析纯);氢氧化钠溶液(0.05mol/L)。

二、诺氟沙星的含量测定

精密称取样品 1.60g,分次加氢氧化钠液适量,水浴加热使基质熔化,充分搅拌后冷却,使基质凝固,并保留供克霉唑含量测定用。合并滤液,用氢氧化钠液稀释至 200ml,摇匀。精密量取稀释液 5ml 置 100ml 量瓶中,加氢氧化钠液至刻度,摇匀,得供试液含诺氟沙星 16μg/ml。以氢氧化钠液(0.05ml/L)为空白,取供试液于 273nm 处测吸收度,按 $E_{1cm}^{1\%}$ 为 1095 计算含量。^[1] 或于 335 ± 1nm 处测吸收度,按 $E_{1cm}^{1\%}$ 为 414 计算含量^[2]。

三、克霉唑的含量测定^[3]

取诺氟沙星含量测定项下的凝固基质,加氯仿 30ml 溶解,加水 20ml,硫酸液(1mol/L)

5ml,及二甲基黄——溶剂蓝 19 指示液 0.4ml,在不断振摇下用十二烷基硫酸钠液(0.12%)滴定至近终点时强烈振摇,继续滴定至氯仿层由绿色转变为红灰色。另精密称取径 105℃干燥至恒重的克霉唑对照品 24mg 置锥形瓶中,同法测定。根据二者消耗十二烷基硫酸钠液的 ml 数计算含量。

四、回收率测定

按处方精密称取诺氟沙星和克霉唑(事先经含量测定),配制四份软膏样品。按含量测定分法处理,分别测定两成份的含量。计算回收率,结果见表 1 和表 2。

表 1 诺氟沙星回收率测定

编号	投入量 (g)	测得值 (g)	回收率 (%)	平均值 ($\bar{x} \pm SD$)	RSD (%)
1	2.8018	2.7024	99.55		
2	2.1326	2.1343	100.08	99.18	0.83
3	1.9843	1.9623	98.99	± 0.82	
4	2.2155	2.1752	98.18		

表 2 克霉唑回收率测定

编号	投入量 (g)	测得值 (g)	回收率 (%)	平均值 ($\bar{x} \pm SD$)	RSD (%)
1	1.5016	1.4693	97.85		
2	1.5138	1.5044	99.38	98.95	1.02
3	1.4965	1.4983	100.12	± 1.01	
4	1.5278	1.5038	98.43		

五、样品的测定

取连续配制的 4 批样品,每批均取样 3 次,按含量测定项下方法操作,测定结果见表 3。

表3 复方诺氟沙星软膏含量测定结果(n=3)

编号	诺氟沙星 (标示百分含量)	RSD (%)	克霉唑 (标示百分含量)	RSD (%)
1	97.58	0.41	97.43	0.34
2	98.35	0.28	98.25	0.47
3	100.41	0.38	97.32	0.63
4	98.46	0.30	98.77	0.79

六、小结

诺氟沙星含量测定方法众多^[4],但由于紫外分光光度法设备简单,一般医院药检室均有配备,方法也较简便快速,适合医院制剂快检要求。在波长 273nm 或 335nm 处测定经比较无显著性差异(n=4, P>0.05)。

克霉唑呈弱碱性,在酸性水溶液中遇热迅速水解,故采用氢氧化钠液提取诺氟沙星,以防止克霉唑被破坏。克霉唑原料含量测定采用非水滴定^[5]。此法不适用于软膏制剂。采用双相溶液阴离子表面活性剂滴定法较为简便,终点变色明显,重现性较好,虽灵敏度

稍差,亦在医院制剂允许误差范围内。也可用十二烷基苯磺酸钠或磺基丁二酸钠二辛酯液代替滴定。溶剂蓝 19 不易得到,可用亚甲基蓝代替,二者变色情况一致。氯仿用量与酸度对滴定终点有影响,应尽量保持一致。

本法利用诺氟沙星和克霉唑对溶剂的选择性不同,可取样一次,分别提取,二者含量测定互不干扰,既可避免重复抽样操作,又可消除取样称量所带入的误差。

参考文献

- [1]张海澄.紫外分光光度法测定诺氟沙星含量.药学分析杂志,1990;10(1):56~9
- [2]常翠等.复方诺氟沙星滴耳液的制备及质量控制.中国药学杂志,1994;29(2):97
- [3]医疗单位制剂规范.中国人民解放军总后勤部.1993;6,第1版
- [4]彭六保等.氟喹诺酮类药物分析概况.药学实践杂志,1995;13(2):108~20
- [5]中国药典95年版.二部,北京,化学工业出版社.广东科技出版社,1995;265~8

三波长分光光度法测定硫软膏的含量

樊丽蓉 邱泉清 徐铭甫

(上海市第六人民医院 上海 200233)

摘要 硫软膏中的硫的含量测定,按照中国药典(1995年版,二部)碘量法测定,方法繁琐费时,本文试用三波长分光光度法不经分离直接测定硫的含量,具有快速、准确的优点,结果令人满意,其平均回收率为100.3%,RSD为0.68%。

关键词 硫软膏;三波长分光光度法;碘量法

硫软膏主要用于治疗疥疮、体癣与脂溢性皮炎等疾患,按中国药典(1995年版,二部)含量测定方法是先将硫转化成硫代硫酸钠,再用碘量法测定^[1],方法繁琐费时,本文根据硫在氯仿溶液中,在波长 250~350 范围内有紫外吸收^[2],试用三波长分光光度法不经分离直接测定硫的含量,取得了较为满意的结果,现介绍如下。

一、仪器与试剂

岛津 UV-2100 型紫外分光光度计,氯仿(分析纯),20%与 5%硫软膏(自制)(取符合药典规定的升华硫进行升华重结晶,照药典方法^[3]测定含量为 99.48%)。

硫对照液:精密称取升华硫 0.1g,置 100ml 量瓶中,用氯仿溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,摇匀,即得每 ml 含硫 0.1mg 的硫对照液。