

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。

凡士林溶液:取凡士林 0.4mg,用氯仿溶解并稀释成 100ml,搅匀,即得每 ml 含凡士林 4mg 的溶液。

二、实验方法与结果

(一)紫外吸收光谱的绘制

取硫对照液 10ml,用氯仿稀释成浓度为 $20\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液;另取凡士林溶液 1ml,用氯仿稀释成浓度为 $80\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,以氯仿作空白,分别在波长 250~350nm 范围内绘制紫外吸收光谱图(见图 1)。

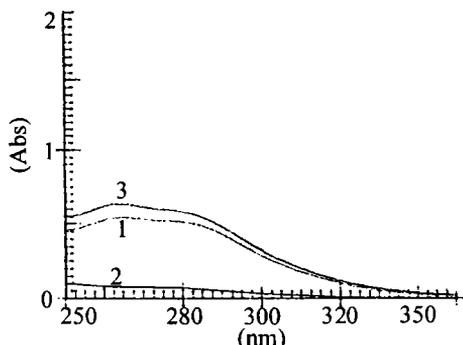


图 1 硫软膏紫外吸收光谱

1. 硫
2. 凡士林
3. 硫 + 凡士林

(二)测定波长的选择

由图可见,硫在波长 264nm 处有最大吸收,凡士林在该波长处也有吸收,干扰硫的测定。为此采用三波长法^[4]来消除凡士林对硫测定的影响。根据三波长分光光度法测定波长选择原则,用计算法在凡士林的吸收曲线上先选定波长 259nm 与 285nm 作为测定波长 λ_1 和 λ_2 ,并估计 λ_3 在波长 300nm 附近,然后通过公式 $\Delta A = A_2 - \frac{mA_1 + nA_3}{m+n}$ (式中 $m = \lambda_2 - \lambda_1$; $n = \lambda_3 - \lambda_2$) 的计算,对 λ_3 进行选择,结果在波长 301nm 处, ΔA 值趋近于零,故确定波长 259nm,285nm 与 301nm 作为待测组分硫的测定波长。

(三)测定波长的验证

取凡士林溶液 0.9,1.2,1.4,1.6 和 2ml,分别用氯仿稀释成浓度为 72,96,112,128 和

$160\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,以氯仿作空白,分别在测定波长处测定吸收度 A,并计算 ΔA 值,结果均趋近于零。

(四)标准曲线的制备

精密量取硫对照液 6,8,10,12 与 14ml,分别置 50ml 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,摇匀,以氯仿作空白,分别在测定波长处测定吸收度 A,并计算 ΔA 值,以 ΔA 对浓度 ($C_{\mu\text{g}}/\text{ml}$),进行直线回归,得回归方程: $\Delta A = -3.310 \times 10^{-4} + 5.991 \times 10^{-3}C$, $r = 0.9998$ 。

(五)回收率试验

按 20% 硫软膏处方规定量,精密称取硫 0.1g 与凡士林 0.4g,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,再精密量取 10ml,置 50ml 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,以氯仿作空白,在测定波长处测定吸收度 A,求出 ΔA ,代入回归方程,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率实验测定结果

加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
100	101.6	101.6		
100	100.1	100.1		
100	100.4	100.4		
100	99.87	99.87	100.3	0.68
100	100.0	100.0		
100	99.76	99.76		

(六)样品测定

精密称取 20% 硫软膏 0.1g,置 100ml 量瓶中,用氯仿溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,摇匀,以氯仿作空白,在测定波长处测定吸收度 A,求出 ΔA ,代入回归方程,计算得二批样品含量分别为 98.29% 和 100.9%。

三、小结

本文用三波长分光光度法测定了 20% 硫软膏的含量,方法快速,准确,适用于医院制剂的快速分析。本法也适用于 5% 硫软膏的含量测定,其平均回收率为 99.31%,RSD

为 0.22% ($n = 5$)。必须注意,当所用凡士林的生产厂或批号改变时,须对原定测定波长的适用性进行检查,必要时重新选择测定波长 λ_3 等。

参考文献

- [1] 中国药典. 1995 年版. 二部
 [2] 朱天明. 紫外分光光度法测定升华硫的含量. 药物分析杂志, 1995; 75(增刊): 558
 [3] 安登魁. 药物分析, 济南: 济南出版社, 1992: 49
 [4] 中国药典. 1995 年版. 二部. 1995: 52

旋光法测定地塞米松磷酸钠注射液的含量

王晓玲 李玉兰*

(深圳市人民医院 深圳 518020)

摘要 本文用旋光法测定地塞米松磷酸钠注射液含量, 平均回收率为 100.08%, RSD 为 0.36%。

关键词 旋光法; 地塞米松磷酸钠注射液; 含量测定

Quantitative determination of dexamethasone sodium phosphate injection

Wang Xiaoling Li Yulan*

(Shenzhen Peoples Hospital Shenzhen 518020)

ABSTRACT This paper reported the determination of dexamethasone sodium phosphate injective by polarimeter the linear relationship is good in the rang 1mg - 10mg/ml the average recovery is 100.08%. RSD 0.36%.

KEY WORDS polarimeter, dexamethasone sodium phosphate injecton, quantitative determination

地塞米松磷酸钠注射液为肾上腺皮质激素类药物, 有影响糖代谢, 抗炎, 抗过敏, 抗毒等作用。临床上用于感染性和过敏性休克, 严重的肾上腺皮质功能减退症, 结缔组织病等。其含量测定方法常采用高效液相色谱法^[1], 紫外分光光度法^[2]。本文根据地塞米松磷酸钠具有旋光性的特点, 用旋光法测定地塞米松磷酸钠注射液的含量。

一、仪器试剂与药品

仪器 PERKIN - ELMER241 型旋光仪(美国); Waters 高效液相色谱仪(美国)。

药品 地塞米松磷酸钠标准品由中国药品生物制品检定所提供, 批号 161 - 9201, 地

塞米松磷酸钠注射液为市售品。

试剂 甲醇等试剂均为分析醇

二、方法与结果

(一) 回归方程的建立 精密称取地塞米松磷酸钠标准品适量, 加水溶解后并稀释制成不同浓度的溶液, 按中国药典 95 版旋光度测定法^[3], 用 1dm 旋光管分别测定旋光度值, 经直线回归处理, 得回归方程为:

$$\alpha = 0.0685C + 0.0002 \quad r = 0.9999$$

结果表明, 浓度在 1 - 10mg/ml 范围内与旋光度呈良好的线性关系。

(二) 回收率试验

精密称取地塞米松磷酸钠标准品适量, 模拟处方比例加入附加剂, 混匀。依法测定旋光度, 根据回归方程计算回归率。六次测

* 深圳市药检所