

(三)标准曲线

精密量取甲硝唑对照品贮备液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0ml 分置 10ml 量瓶中。加 0.1mol/L HCl 稀释至刻度, 摇匀。于波长 277nm 处分别测定吸收值, 求得 ΔA , 进行直线回归, 得回归方程: $\Delta A = 0.01955C + 0.0109$, $r = 0.9997$ 。

(四)回归率实验

按处方配制一定量的灭滴灵栓, 精密称取适量, 置小烧杯中, 加 0.1mol/L HCl 100ml, 水浴温热至溶, 搅拌, 趁热转移至 500ml 量瓶中, 重复操作 3 次, 放冷至室温,

加 0.1mol/L HCl 稀释至刻度摇匀。精取 10ml 置 100ml 量瓶中加 0.1mol/L HCl 稀释至刻度。以 0.1mol/L 为空白于 λ_1 和 λ_2 处测定吸收度, 求 ΔA 值, 代入回归方程计算含量及回收率。结果平均回收率为 101.02%, RSD 为 0.67%。

(五)样品测定

取灭滴灵栓 10 枚(大连第二制药厂), 削成碎末, 混匀。精密称取适量(约相当甲硝唑 5mg)置小烧杯中, 按回收率项下操作, 测得结果与非水溶媒滴定法比较, 结果见附表。

附表 双波长法与非水滴定法测定灭滴灵栓比较

样品 编号	双波长分光光度法(n=5)			非水溶媒滴定法(n=5)		
	标示量(%)	标准差	RSD(%)	标示量(%)	标准差	RSD(%)
1	95.4	0.70	0.72	94.90	0.76	0.64
2	97.2	0.75	0.62	96.20	0.77	0.62
3	95.9	0.68	0.69	96.70	0.65	0.67
4	96.8	0.64	0.64	95.0	0.67	0.71
5	95.2	0.54	0.68	96.8	0.71	0.65

三、小结

(一)应用双波长法测定灭滴灵栓的含量, 避免了非水溶液滴定法温热萃取溶剂的刺激性及繁琐操作。

(二)采用双波长测量法, 能消除基质的

干扰, 可直接测定含量, 方法简便, 快速准确。适用于医院的快速分析。

参考文献

- [1]辽宁省药品标准·1987:427
[2]赵春杰·中国医院药学杂志·1993(2):106

二阶导数分光光度法测定醋酸洗必泰漱口液中醋酸洗必泰含量

吴飞华 王 涛

(上海第二医科大学附属第九人民医院药剂科 上海 200011)

摘要 本文采用二阶导数分光光度法直接测定醋酸洗必泰漱口液的含量。实验结果证明: 本法简便、正确、重现性好。在 50~200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度范围内线性良好。 $r = 0.9997$, $RSD = 0.6\%$ 。

关键词 二阶导数光谱法; 醋酸洗必泰

Determination of chlorhexidine acetate in chlorhexidine acetate gargle by second derivative spectrophotometry

Wu Feihua Wang Tao

(Ninth People's Hospital Shanghai Second medical University
pharmacy Shanghai 200011)

ABSTRACT The paper reports the direct determination of chlorhexidine Acetate Gargle by Second derivative spectrophotometry. The result shows: This method is simple, accurate and reproducible. The callbration curve is linear in the range of $50\mu\text{g/ml}$ to $200\mu\text{g/ml}$. $\gamma=0.9997$, $\text{RSD}=0.6\%$

KEY WORDS Second derivative spectrophotometry, Chlorhexidine Actetate

醋酸洗必泰漱口液是口腔科常用制剂,具有杀菌、消炎、清洁创口的功效,用于治疗粘膜溃疡、口腔糜烂、牙周病等。其含量测定方法已有非水滴定法^[1]和紫外分光光度法^[2],但操作繁琐。对此,我们采用二阶导数光谱法排除制剂中共存成分的干扰,不经分离直接测定醋酸洗必泰含量,方法简便,快速,结果准确,适用于该制剂的常规检测。

仪器与试药

岛津 UV-240 型紫外分光光度计

单盘电光分析天平 TG729C 型

醋酸洗必泰(锦州制药一厂 批号 900426)

单糖浆(上海美优制药厂 批号 930201)

醋酸洗必泰漱口液(本院药剂科普通制剂室自制)

实验方法

1. 醋酸洗必泰、单糖浆零阶和二阶导数光谱图绘制

按处方比例将醋酸洗必泰、单糖浆分别用蒸馏水溶解,并用乙醇稀释至适宜浓度。以乙醇为空白,分别测定其零阶和二阶导数光谱(见图 1,图 2),由图 1 得知,单糖浆的吸收光谱干扰了醋酸洗必泰的吸收光谱。由图 2 得知,醋酸洗必泰的二阶导数光谱图在

298.0nm 波长处有一吸收峰,而此处单糖浆无吸收,不影响醋酸洗必泰的测定。故选择 298.0nm 为测定波长,以此处波峰至零线的距离——导数半振幅值 D 为定量依据。

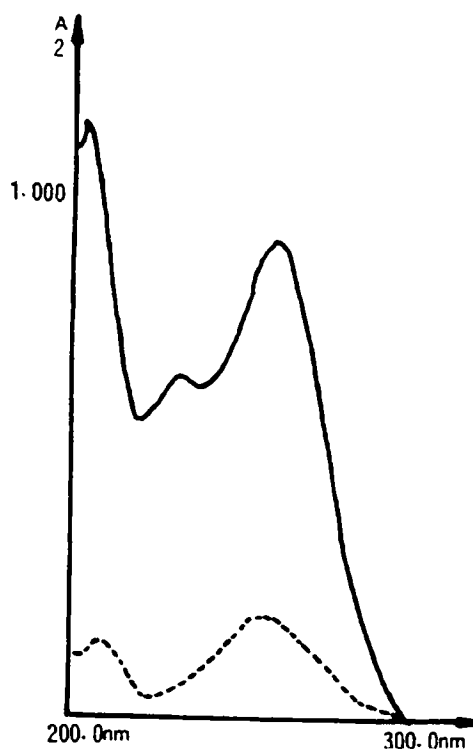


图 1 零阶光谱图

— 醋酸洗必泰
..... 单糖浆

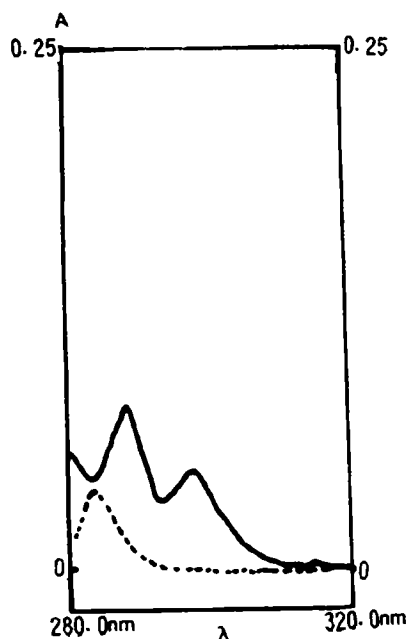


图2 二阶导数光谱图

— 醋酸洗必泰
 单糖浆

2. 标准曲线的绘制

精密称取于 105℃ 干燥至恒重的醋酸洗必泰 100mg, 置 200ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2ml、4ml、6ml、8ml、10ml 分别置 25ml 容量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 待测。

测试条件: 波长范围 280~320nm, ABS, 上限 0.25, 下限 -0.25, 扫描速度, 快, 波长标度 30nm/cm, 狭缝 2nm, $\Delta\lambda=2\text{nm}$ 。

以乙醇为空白, 测定醋酸洗必泰二阶导数光谱振幅, 以浓度(C)对振幅(D)值作标准曲线, 并求得直线方程。D=0.63+0.15575C
 $\gamma=0.9997$

3. 回收率试验

精密称取醋酸洗必泰适量按处方比例加入单糖浆置 100ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取稀释液 2ml, 置 25ml 容量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 按上述测试条件分别测定, 其回收率见表 1。

表1 醋酸洗必泰回收率实验结果

编号	加入量($\mu\text{g/ml}$)	测得量($\mu\text{g/ml}$)	回收率(%)
1	63.36	64.65	102.0
2	68.88	71.08	103.2
3	98.08	99.33	101.3
4	80.72	82.63	102.4
5	76.56	78.14	102.1
S=0.6892		RSD(%)=0.67%	$\bar{X}=102.2$

4. 样品的含量测定

精密量取样品 2ml, (约相当于醋酸洗必泰 0.8mg) 置 10ml 容量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 按回收率项下方法测定。结果见表 2。

表2 样品含量测定结果

批号	含量($\mu\text{g/ml}$)	标示量(%)
941012	81.20	101.5
941227	78.46	98.07
950215	82.08	102.6
950414	78.22	97.78

5. 稳定性试验

取样品测定项下的溶液, 分别于配制后立即测定与室温放置 2、4、6、24h 后以同等条件测定二阶导数光谱, 结果振幅 D 值无明显变化, 证明供试液稳定性良好。

结论与讨论

二阶导数分光光度法测定醋酸洗必泰漱口液中的醋酸洗必泰含量, 本法不受制剂中其他成分的干扰, 不经分离便可直接测定, 方法简便、快速, 结果正确, 重现性好, 适用于医院药房对该制剂的常规分析。

参考文献

- [1] 中国药典 1990 年版二部 1990:837
- [2] 中国药学会上海分会. 上海市医院制剂手册第二版. 上海科技出版社, 1988:328