

## · 药物分析 ·

## 克霉唑乳膏的二阶导数光谱测定法

冯超英 尹艳莲\* 张素芬 武卫红

(解放军白求恩国际和平医院 石家庄 050082)

**摘要** 采用二阶导数光谱法测定克霉唑乳膏的含量,方法简便,快速、准确、回收率为 99.43%,RSD=0.89%。

**关键词** 二阶导数光谱法;克霉唑乳膏

### Determination of clotrimazole in cream by Second derivative spectrophotometry

Feng Chaoying, Yin Yanlian, Zhang Sufen, Wu Weihong

(Department of pharmacy, Norman Bethune

International Peace Hospital, Shijiazhuang 050082)

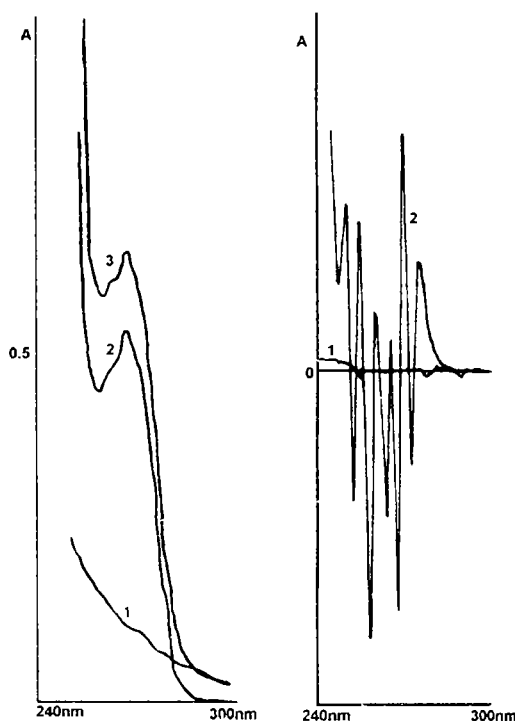
克霉唑乳膏是外用抗真菌药,其含量测定的方法常规有非水滴定法和双相滴定法,空白基质有干扰,误差较大。本文用二阶导数法测定克霉唑的含量,方法简便,快速、准确。

#### 一、仪器与试剂

日本岛津 UV-3000 分光光度计。克霉唑粉(石家庄市新华制药厂),乳膏基质(符合药用标准),乙醇(分析纯),克霉唑乳膏(本院生产)。

#### 二、试验方法及结果

1. 试验条件的选择 按处方比例称取克霉唑粉、空白基质及乳膏适量,用乙醇溶解(必要时水浴加热),并稀释至相当于克霉唑 0.3mg/ml<sup>[1]</sup>的乙醇溶液,分别进行零阶和二阶导数光谱扫描。扫描条件:波长范围 300-240nm,狭缝 2nm,导数光谱的导波长差 2.1nm,扫描速度 50nm/min,纸速 10nm/cm。结果见附图。图谱表明:基质的零阶导数光谱对克霉唑的含量测定有干扰,而其二阶导数光谱在 276nm 左右对克霉唑的含量测定无干扰。同时,在此波长处克霉唑有较强的振幅。



附图 零阶(A)和二阶(B)导数光谱图

1. 空白基质 2. 克霉唑 3. 克霉唑+乳膏

2. 线性试验 精密称取克霉唑粉 1.4877g,置 50ml 量瓶中,加乙醇使其溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 5ml 置另一 50ml 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀。再精

\* 河北医学院 90 级实习生

密度取 1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0ml 分别置 25ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。在上述条件下进行二阶导数光谱扫描,量取 276nm 处的振幅,以浓度 C 对振幅 D 作标准曲线。结果表明:克霉唑浓度在 0.18—0.48mg/ml 范围内浓度(C)与振幅(D)之间呈良好的线性关系。回归方程为:

$$D=0.127002+46.7380C \quad (Y=0.9990)$$

3. 回收率测定 精密称取克霉唑适量,按处方比例加入空白基质,以乙醇为溶剂配成不同浓度的溶液。按照上述方法进行测定,代入回归方程求得:平均回收率为 99.43%, RSD=0.89%(n=5)

4. 稳定性试验 取样品测定项下的克霉唑乙醇溶液,在配制后即刻放置 2、4、8、24h 后,依法测定。结果见表 1。结果表明。本品在 24h 内的二阶导数光谱基本无变化

表 1 稳定性试验结果

放置时间(hr)	0	2	4	8	24
测得 D 值(cm)	14.55	14.55	14.56	14.55	14.56

5. 干扰组分对测定组分的影响 配制同一浓度的克霉唑乙醇溶液,加入不同量的空白基质,滤过,用上述条件进行扫描,其振幅无明显变化。结果见表 2。

6. 样品的测定 精密称取克霉唑乳膏适量(约相当于克霉唑 15mg)置小烧杯中,加乙醇,置约 50℃水浴中振摇使溶解,转移

到 50ml 量瓶中,再置冰浴中冷却 30min,放至室温,加乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液按本法测定,并与规范法<sup>[2]</sup>比较,无明显差别,二者基本一致,结果见表 3。

表 2 干扰组分对测定组分的影响

克霉唑的 量(mg/ml)	0.2975	0.2975	0.2975	0.2975
相当空白基 质的量(mg/ml)	13.39	22.32	31.24	35.71
测得 D 值(cm)	14.02	14.025	14.02	14.02

表 3 本法与规范法的比较(n=4)

样品 编号(标示量%)	规范法 <sup>[2]</sup> RSD(%)	本法 (标示量%)	RSD(%)	
1	104.1	0.98	106.7	0.68
2	90.79	1.02	96.82	0.59
3	106.8	0.89	108.4	0.63

### 三、结论

本法可有效地排除基质的干扰,不经分离提取直接测定克霉唑的含量,且有较好的稳定性和精确性。

#### 参考文献

- [1]胡敏燕. 药物分析,1990;10(2):115  
[2]《中国人民解放军总后勤部卫生部》编. 医疗单位制剂规范,1991:302

## 四苯硼钠法测定西咪替丁片的含量

李永健

(解放军第 211 医院 哈尔滨 150080)

**摘要** 本文采用四苯硼钠法测定西咪替丁片的含量,方法简便、快速、准确,回收率为 99.88±0.43%。经测定四个厂家 4 批样品的含量,并与药典方法(非水滴定法)进行了比较,结果一致。

**关键词** 西咪替丁;四苯硼钠法