

2.2.4 加样回收率试验 精密称取醋酸氟轻松对照品适量,用甲醇配制成浓度为 50 μ g/ml 的溶液;另取已知含量(97.1%)的复方醋酸氟轻松软膏,按改进后的方法精密称取 5 份,自“精密量取 25ml”后,分别精密加入上述溶液 1.5ml, 2.0ml, 2.5ml, 3.0ml, 3.5ml,同时调整检测器灵敏度为 0.05,测得回收率结果见表 3。

表 3 加样回收率测定结果

编号	加入量 (μ g)	测得量 (μ g)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	76.5	74.3	97.1		
2	102.0	103.2	101.2		
3	153.0	151.2	98.8	99.4	1.6
4	204.0	203.2	99.6		
5	255.0	262.6	100.3		

2.2.5 方法专属性考察 溶剂的色谱峰均在低 R_t 值区域,基质中的溶出成分色谱峰位于 R_t 5.5min 以内和 R_t 11.6min 左右,均不干扰内标峰(R_t 9.5min)和样品峰(R_t 14min)。

3 讨论

改进后的方法减少了样品的取样量,使样品的溶解提取更加充分。称样后的转移操作也更容易进行,易于转移完全。冷至室温后,不溶性基质所占比例相对较小,减小了由于基质体积引入的误差。残余的可溶成份不影响主药的测定。

以精密度试验中的系统适用性试验内标峰面积做为样本 1,3 批样品共 9 针的内标峰面积作为样本 2,利用小样本的 t 检验进行均值比较,其中 $n_1 = 5$, $n_2 = 9$, $x_1 = 484310$, $x_2 = 481422$, $s_1 = 4263.96$, $s_2 = 5981.35$,经计算可得 $|t| < t_{0.05,12}$ 。说明两组均值之间不存在显著差异,即对照品液和样品液内标峰面积之间不存在系统误差。

参考文献:

[1] 中国药典 1995 版[S]. 二部. 1995:1088.
 [2] USP XX III版[S]. 1995: 670.
 [3] 马剑文,等,现代药品检验学[M]. 北京:人民军医出版社, 1994: 452.
 [4] 安徽省药品标准[S]. 皖 Q/WS- 19- 95.

收稿日期: 2002- 01- 15

尿液中对乙酰氨基酚的含量测定

杨道纳(浙江苍南县卫生监督所, 苍南 325800)

关键词 对乙酰氨基酚; 尿液; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006- 0111(2002) 03- 0173- 02

口服对乙酰氨基酚片剂后,约有 80% 的药物与葡萄糖醛酸、硫酸等结合为络合物,3% 以原形药由肾排泄^[1]。对乙酰氨基酚及其络合物在酸性条件下水解为对氨基酚,在次溴酸钠存在下与苯酚发生反应,生成靛兰染料,在 λ_{max} 620nm 处有最大吸收^[2],而尿液中黄色物质在 620nm 处基本无吸收,利用此性质测定尿液中对乙酰氨基酚的含量,结果令人满意,现报告如下。

1 仪器与试剂

7520 型紫外可见分光光度计(上海分析仪器厂)。

对乙酰氨基酚对照品(温州制药厂);对乙酰氨基酚片(0.3g/片,汕头金石制药总厂,批号:980218)。

4mol/L 盐酸,0.2mol/L 氢氧化钠,1% 苯酚,1mol/L 碳酸钠- 溴水试剂(取 1mol/L 碳酸钠水溶液 100ml 加饱和溴水 15ml 混匀),显色剂(临用新配):取

0.2mol/L 氢氧化钠 80ml 加 1% 苯酚 10ml 混匀,再加入 1mol/L 碳酸钠- 溴水试剂 10ml 混匀。所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 标准曲线的制备和稳定性试验

精密称取 105℃干燥至恒重的对乙酰氨基酚对照品 2.5g,热水溶于 250ml 量瓶中,冷却加水至刻度,得 10mg \cdot ml⁻¹ 标准贮备液,分别精取上液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 6.0 和 8.0ml 置 100ml 量瓶中,加水至刻度,配成 50, 100, 200, 300, 400, 600 和 800 μ g/ml 标准液。取洁净干燥具塞和刻度的 10ml 试管,分别精取上述系列标准液 1.0ml 加 4mol \cdot L⁻¹ 盐酸溶液 4.0ml,振摇均匀,轻轻盖上塞子,水浴煮沸 1h,冷却加水至刻度。精取上液各 1.0ml,再分置 10ml 具塞刻度试管中,加 0.2mol \cdot L⁻¹ 氢氧化钠溶液 1 滴,精加显色剂 9.0ml,摇匀,静置 40min,于 7520 型紫外-

可见分光光度计上 λ_{\max} 620nm 处测吸收度(A), 同时以蒸馏水按同样操作做空白对照, 重复测定 3 次。取各浓度点 A 的平均值与相应的浓度值(C)作回归处理, 得回归方程: $A = 1.069 \times 10^{-3} C - 6.05 \times 10^{-3}$, $r = 0.9998$ ($n = 7$)。线性范围为 $50 \sim 800 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。

测定液在放置 1, 2 和 4h 后测定 A 值, 结果基本不变。

2.2 尿液中对乙酰氨基酚的含量测定和精密度试验

健康受试者一次口服对乙酰氨基酚片(0.3g/片) 1 片, 服药后 4h 收集尿液。精取上述尿液 1.0ml, 并精取空白尿(受试者服药前的尿液) 1.0ml, 按标准曲线项下从“加 4mol/L 盐酸溶液 4.0ml”开始同样操作, 于 620nm 处以空白校正测 A, 由回归方程求出浓度。重复测定 6 次, 得尿药浓度($\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$) 数据如下: 0.139, 0.135, 0.139, 0.137, 0.140 和 0.138, 平均浓度为 $134.8 \mu\text{g}/\text{ml}$, RSD 为 1.25%。

2.3 回收率试验

精取上述已测的含量的尿液 1.0ml, 加入对乙酰氨基酚标准对照品 $100 \mu\text{g}$, 并以空白尿作空白校正, 同样操作, 重复测定 6 次。计算出回收率, 平均回收率为 98.5%, RSD 为 1.54%。

2.4 药典方法和该法测定片剂含量

取对乙酰氨基酚片(0.3g/片) 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量按《中国药典二部(2000 年版)》^[1] 对乙酰氨基酚含量测定项下测含量; 另精密称取适量(约相当于本品 300mg), 热水 50ml 溶于 100ml 量瓶中, 振摇 15min, 冷却, 加水至刻度, 摇匀, 用干燥滤纸过滤, 弃去初滤液, 精取续滤液 10ml 置 100ml 量瓶中, 加水至刻度, 精取 1.0ml, 按本文方法测定并计算含量。结果药典和本法测得的含量分别为标示量的 98.9%、99.4%。说明本法测定结果与药典方法较接近。

3 讨论

实验结果表明标准曲线, 稳定性, 精密度和准确度均较好, 在 λ_{\max} 620nm 处测定排除了尿液中黄色物质的干扰, 说明本法用于测定尿液中对乙酰氨基酚及其络合物的总含量是切实可行的, 为尿药法研究对乙酰基酚的药代动力学建立了一个可靠的测定方法。

参考文献:

- [1] 中国药典·二部·临床用药须知[S], 1989: 113
- [2] 蔡洪生, 罗胜德, 苏玮, 等. 咳感灵等五种片剂中扑热息痛溶出速率的研究[J]. 中国医院药学杂志, 1986, 6(7): 292
- [3] 中国药典·2000 年版二部[S]: 196

收稿日期: 2001-12-10

旋光法和紫外分光光度法测定卡地滴眼液含量

李伊庆, 王海燕, 姜宗文(解放军第 461 医院, 长春 130021)

摘要 目的: 建立卡地滴眼液的含量测定方法。方法: 用旋光法测定卡地滴眼液中卡那霉素的含量, 用紫外分光光度法测定卡地滴眼液中地塞米松磷酸钠的含量。结果: 在 $1.0 \sim 5.0 \text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ 范围内旋光度与卡那霉素的浓度呈线性关系 ($r = 0.9999$), 回收率平均为 99.3%, $RSD = 0.40\%$ ($n = 5$); 在 $6 \sim 21 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 范围内吸光度与地塞米松磷酸钠的浓度呈线性关系 ($r = 0.9998$, $n = 6$), 回收率平均为 99.2%, $RSD = 0.20\%$ ($n = 5$)。结论: 本法简便、快速、准确, 适用于医院制剂的快速检验。

关键词 旋光法; 紫外分光光度法; 卡那霉素; 地塞米松磷酸钠; 滴眼液

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2002)03-0174-03

Assay of kanamycin and dexamethson in DICA eye drops by polarimetric analysis and ultraviolet specyrophotometry

Li Yi- qing, WANG Hai- yan, JIANG Zong- wen(No. 461 Hospital of PLA, Changchun 130021, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a method for detemining the concentration of kanamycin and dexamethson in DICA eye drops. **METHED:** The concentration of kanamycin was determined by polarimetric analysis, ultraviolet specyrophotometry was employed for determination of dexamethson sodium phosphate. **RESULTS:** The average recovery of kana-