

2.6 样品测定 对本院配制的 5 批复方强的松龙滴鼻液进行测定,操作步骤:精密量取本品 1mL,置 25mL 量瓶中,加无水乙醇至刻度,摇匀,静置 5min,精取稀释液上清液 1mL,置 10mL 量瓶中,加无水乙醇至刻度,摇匀,以无水乙醇作参比,在波长 242.5nm,261.5nm 处测定吸收度,代入公式④⑤及回归方程,计算二组分含量。结果见表 3。

表 3 样品测定结果(标示量%, n = 5)

| 样品号 | 醋酸泼尼松龙 | 马来酸氯苯那敏 |
|-----|--------|---------|
| 1 | 101.20 | 99.32 |
| 2 | 100.89 | 99.09 |
| 3 | 99.68 | 100.91 |
| 4 | 100.47 | 100.33 |
| 5 | 99.32 | 102.32 |

3 讨论

3.1 新 Vierordt 法 实质上是通过数学方法将复方制剂中各组分在其特定波长处的吸收值比替代吸收系数,并从混合物中分离出来,然后按单组分分析方法计算,消除了双波长法、导数法中由“零假设”带来的误差^[3],更适合对本品中两个组分的含量测

定。

3.2 由上述实验得知,吸收度比 α 、 β 在一定浓度范围内与浓度无关,通过 λ_1, λ_2 的选择,只要满足: $\alpha\beta < 0.5, A_{\lambda_1}^{a+b}/\beta A_{\lambda_2}^{a+b} > 1.2, A_{\lambda_2}^{a+b}/\alpha A_{\lambda_1}^{a+b} > 1.2$, 就可达到满意的测定结果。

3.3 由于本法以吸收度比替代吸收系数,不需要昂贵的仪器,一般医院均可测定。

3.4 本品辅料羧甲基纤维素钠无紫外吸收,测定时经无水乙醇稀释后即析出,只要稍静置 5min 即可取上清液,对测定结果无影响。

参考文献:

- [1] 福建省卫生厅. 福建省医院制剂规范[S]. 1984 年版. 1984: 94.
- [2] 王庆莲,王学艳. 用联立方程新解法测定肌苷注射液的含量[J]. 天津医学,1997,9(1):59.
- [3] 徐红冰,寿佳慧,钱 漪. 联立方程组的新解法在测定复方凡诺溶液中的应用[J]. 中国医院药学杂志,1997,17(10): 460.

收稿日期:2004-02-06

反相高效液相色谱法测定复方鼻用软膏中磺胺嘧啶含量

吴洪文,吴 敏(广西医科大学第四附属医院,广西 柳州 545005)

摘要 目的:建立复方鼻用软膏中磺胺嘧啶的含量测定方法。方法:反相高效液相法,日本岛津 Shim-pack VP-ODS 柱(250L×4.6),国产 C₁₈ 保护柱,流动相:甲醇-水-冰醋酸(40:60:0.1),检测波长:270nm,流速 0.6mL/min。结果:在 11.26~123.82μg/mL 范围内成线性关系, $Y = 144\ 647X - 41\ 558, r = 0.999\ 9$, 平均回收率为 100.2±1.5%,RSD 为 1.4%。结论:本方法简单、准确、快速,可用于本制剂磺胺嘧啶的快速定量分析。

关键词 反相高效液相色谱法;磺胺嘧啶;复方鼻用软膏

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)06-0333-03

Determination of sulfadiazine in compound nasal ointment by RP-HPLC

WU Hong-wen, WU Min (The 4th Affiliated Hospital, Guangxi Medical University, Liuzhou, 545005, China)

ABSTRACT Objective: To establish a method for determination of the content of sulfadiazine in compound nasal ointment. **Methods:** RP-HPLC was adopted with Shim-pack VP-ODS(250L×4.6) column as analytical column, methanol-water-acetic acid (40:60:0.1) as mobile phase. The detection wavelength was 270nm. The flow rate was 0.6mL/min. **Results:** The linear ranges of sulfadiazine were 11.26~123.82μg/mL, $Y = 144\ 647X - 41\ 558, r = 0.999\ 9$, the average recovery was (100.2±1.5)%, RSD was 1.4% (n=6). **Conclusion:** The method is simple, rapid, accurate and suitable for the determination of sulfadiazine in compound nasal ointment.

KEY WORDS RP-HPLC; sulfadiazine; compound nasal ointment

作者简介:吴洪文(1971-),男,药理学学士,主管药师。
Tel:(0772)3815418

复方鼻用软膏是我院配制的院内软膏制剂,临床用于治疗鼻炎,白凡士林为基质,其中含磺胺嘧啶3%,由于配制时不易混匀,使制剂质量不易控制,中国药典^[1]用永停滴定法测定磺胺嘧啶软膏的含量,但该方法操作误差较大。笔者以 RP-HPLC 法测定复方鼻用软膏中的磺胺嘧啶含量,结果准确。现报道如下。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10AVP 高效液相色谱仪,SPD-10A 紫外检测器,SLC-10AVP 控制器,LC-10TVP 泵,磺胺嘧啶对照品(中国药品生物制品检定所),复方鼻用软膏(本院制剂室配制),甲醇为色谱纯,冰醋酸

为分析纯,蒸馏水为本院生产。

2 色谱条件

色谱柱:日本岛津 Shim-pack VP-ODS 柱(250L×4.6),国产 C₁₈ 保护柱,流动相:甲醇-水-冰醋酸(40:60:0.1),流速:0.6mL/min,柱温:30℃,检测波长:270nm,灵敏度:1.0AUFS。

3 方法与结果

3.1 空白试验 按处方配比制成不含磺胺嘧啶的空白制剂,按样品测定的方法进行测试,结果无干扰。见图1。

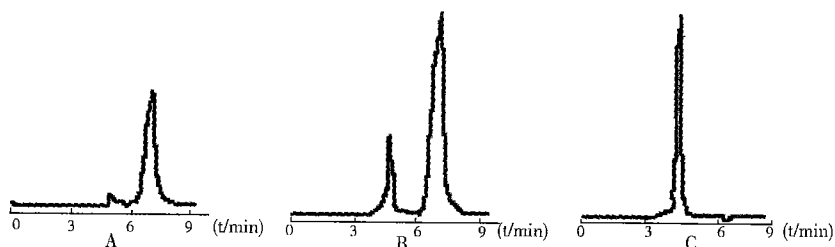


图1 复方鼻用软膏中磺胺嘧啶色谱图

A-对照品;B-样品;C-空白

3.2 标准曲线 精密称取磺胺嘧啶的对照品0.1407g,置10mL的量瓶中,用3mL稀盐酸溶解并用甲醇稀释至刻度,摇匀作为储备液。精密量取储备液20、30、70、100、140、180、220 μ L分别置于25mL的量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得含磺胺嘧啶11.26、16.88、39.40、56.28、78.79、101.30、123.82 μ g/mL的对照品溶液,分别取20 μ L进样,测定峰面积,以药物浓度对峰面积进行线性回归,得回归方程: $Y = 144\ 647X - 41\ 558$, $r = 0.999\ 9$,线性范围11.26~123.82 μ g/mL。

3.3 精密度和重复性试验 在上述色谱条件下取高、中、低3个浓度标准液,在同一天内及不同天内分别考察方法的精密度和重现性,结果见表1。

表1 精密度与重复性试验($n = 6$)

| 磺胺嘧啶浓度 (μ g/mL) | RSD (%) | |
|----------------------|---------|------|
| | 日内 | 日间 |
| 11.26 | 0.61 | 0.74 |
| 56.28 | 0.45 | 0.56 |
| 101.30 | 0.52 | 0.88 |

3.4 回收率试验 取已知磺胺嘧啶含量的复方鼻膏(批号030305)6份,每份约0.1g,算出每份样品中磺胺嘧啶的量,加入14070 μ g/mL的对照品溶液20 μ L,照样品测定方法操作,计算回收率。结果其平

均回收率为 $(100.2 \pm 1.5)\%$,RSD为1.4%,见表2。

表2 磺胺嘧啶加样回收率试验结果($n = 6$)

| 样品量 (μ g) | 加入量 (μ g) | 测得量 (μ g) | 回收率 (%) | $\bar{x} \pm s$ (%) | RSD (%) |
|----------------|----------------|----------------|---------|---------------------|---------|
| 3 429 | 2 814 | 6 275 | 100.52 | | |
| 3 069 | 2 814 | 5 946 | 101.07 | | |
| 3 528 | 2 814 | 6 272 | 98.90 | 100.2 \pm 1.5 | 1.4 |
| 2 715 | 2 814 | 5 492 | 99.33 | | |
| 2 775 | 2 814 | 5 516 | 98.69 | | |
| 3 249 | 2 814 | 6 209 | 102.41 | | |

3.5 样品测定结果 精密称取样品约0.1g,加1~2mL稀盐酸于水浴60℃溶解,放冷后过滤,收集滤液置于25mL容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,取20 μ L进样。结果见表3。

表3 样品含量测定的结果

| 批号 | 标示量 (%) |
|--------|---------|
| 030603 | 102.33 |
| 030421 | 95.91 |
| 030305 | 97.62 |

4 讨论

4.1 由于本制剂的基质为凡士林,所以即使长时间超声也不能使基质溶解,导致提取回收率下降,在一

定温度下水浴加热能使基质迅速溶解,且提取效果很好。溶解后的基质必须放冷后才能过滤,以避免基质进入滤液,进样时损害色谱柱。

4.2 实验使用稀盐酸作为提取溶剂,提取完全,但稀盐酸用量不宜超过 3mL,否则溶液的酸性太强,进样时易腐蚀进样器的管路并损害色谱柱。

4.3 反相高效液相色谱法测定软膏剂中磺胺嘧啶的含量国内文献未见报道,文献^[2,3]主要报道测定片剂中磺胺嘧啶的含量,且大多采用紫外分光光度法,由于本制剂含有樟脑、地塞米松等成分均有紫外吸收,均对紫外分光光度法的测定造成干扰。用反

相高效液相色谱法测定,能较好的排除干扰,操作简单、快速,结果准确、可靠。

参考文献:

- [1] 中国药典.2000 年版[S]. 二部:2000:1046.
- [2] 刘建华,周明达,文 莉,等. 乘子罚函数分光光度法同时测定联磺甲氧苄啶片中三组分含量[J]. 西北药学杂志,2000,102(3):102.
- [3] 周明达,邓凯佳,李战辉,等. 多波长线性回归分光光度法测定联磺甲氧苄啶片中三组分含量[J]. 西北药学杂志,2000,15(2):54.

收稿日期:2003-12-22

黑膏药的传统制备工艺研究

刘明乐,李 玲,李克荣(湖北襄樊市中医院,湖北 襄樊 441000)

摘要 目的:探讨黑膏药的传统制备工艺。方法:结合笔者多年制备经验及对工艺方面的研究,特别是色拉油的应用、粗料药的先煎后炸、炼油“滴水成珠”新标准、黑膏药熬老的处理、几种去“火毒”方法的比较及其与人体皮肤厚薄之间的刺激性关系,以及黑膏药在临床上的辩证加减应用等内容均作了创新研究。结果:上述经验及研究有利于提高黑膏药的质量。结论:这些经验及研究值得推广。

关键词 黑膏药;制备;质量

中图分类号:R94

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)06-0335-03

黑膏药以其疗效确实,药物中毒的危险较少见且用法简便、价廉、携带与贮存方便而一直沿用至今。我院从 20 世纪 60 年代就开始制备黑膏药并积累了较丰富的经验,同时进行了相关方面的工艺研究,现介绍如下:

1 基质原料的选择与药料的处理

1.1 油的选择 一般多选用麻油,用其熬炼的膏药具有外觀光亮,性清凉,药性易渗入皮肤。对棉籽油、糠油、豆油、菜籽油、花生油、混合油亦可应用,但一般较易产生泡沫,故炼油时,锅应保留较大空隙,以免溢锅。但桐油及动物脂肪油不宜应用。据我们经验,棉籽油虽然理论上可熬炼,但操作中用其熬制的膏药质量不好控制,同时实验表明,对棉籽油即使精炼后其亮度亦最差,对皮肤的充血亦最差^[1],因此建议最好不用。我们尝试用精制菜籽色拉油炼制黑膏药亦获得很好效果,膏药质量与麻油炼制的黑膏药相近^[2],这是由于精制色拉油将油脂中的杂质,例如蛋白粘液、游离脂肪酸、磷脂、色素等已去

掉。

1.2 丹的处理 制备黑膏药多用铅丹,纯度要求在 95% 以上,若含量不足,则熬炼时应增加丹的用量以补足,黄丹不够干时容易聚成颗粒而沉于锅底,则用前须炒除水分。

1.3 药料处理 传统制法上药料分为粗料和细料两类,有将粗料药材用水煎煮提取,去渣煎膏;或用酒精渗漉制成渗漉膏,再与药膏混合;或将处方中部分主要药材研为细粉直接与药膏混合摊涂^[3]。

在药料的处理上我们进行了新的改进并取得较好临床效果。“抗纤软肝膏”为我院肝病科一协定处方制剂,其处方组成为:黄芪 30g、白术 10g、柴胡 10g、枳壳 10g、桃仁 10g、当归 10g、丹参 15g、莱菔子 15g、赤芍 30g、炮山甲 15g、醋鳖甲 15g、马鞭草 15g、虎杖 15g、土元 10g、大黄 10g、麻油 2500g,黄丹适量。外用,期门穴贴敷,2 日 1 贴。具有护肝软肝、抗肝纤维化之功效。主治慢性肝炎及肝硬化。我们在将其制备成黑膏药时,在药料的提取方面设计了 5 种制备工艺并比较它们的疗效。5 种制备工艺分别为,工艺 I:按曹春林主编的《中药药剂学》介绍的黑膏药传统制法制备^[4]。工艺 II:基本同工艺 III,只是药料按常规煎煮 2 次,药渣丢弃勿再炸熬提

作者简介:刘明乐(1969-),男,汉族,学士,副主任药师。

Tel:(0710)3952101;E-mail:lm169@sohu.com