

表 3 含量测定结果比较

批 号	紫外分光光度法(%)		非水滴定法(%, n=3)
	工作曲线法(n=3)	对照品比较法(n=5)	
9407001	97.1%	97.7%	98.0%
940701	102.4%	102.9%	102.1%
940901	100.8%	100.9%	101.7%

讨论

诺氟沙星属喹诺酮类化合物, 在 232nm, 273nm, 323.5nm, 335nm 波长处分别有吸收峰, 以在 273nm 波长处吸收值最大, 因 323.5nm 波长处吸收值大小适当, 故选择为本试验测定波长。

三种含量测定方法结果经 t 检验无显著

性差异($P > 0.05$)。

本实验结果表明, 用紫外分光光度法测定诺氟沙星胶囊含量具有方便, 准确, 重现性好等优点。

参考文献

[1] 中国药典. 1990 年版二部, 601~02

[2] 美国药典. XIII 版, 963~64

紫外分光光度法测定“高原护肤霜”中水杨酸苯脂的含量

刘明志

(上海市第一肺科医院药剂科 上海 200433)

摘要 采用紫外分光光度法对高原护肤霜中的水杨酸苯脂进行含量测定, 方法简便, 结果较好, 回收率为 100.48%, CV=0.099%

关键词 紫外分光光度法; 水杨酸苯脂; 护肤霜

UV-Spectrophotometry for quantitative determination of phenyl salicylate in the cream for highland

Liu Ming-Zong

(Shanghai First pneumology hospital, department of pharmacy Shanghai 200433)

高原护肤霜是一种皮肤保健用药, 其涂布容易, 清除方便, 疗效显著, 深受广大边民的欢迎。

高原护肤霜的组成复杂, 但主药水杨酸苯脂易溶于甲醇溶液中, 且在紫外区有吸收, 其基质无明显干扰, 故用紫外分光光度法对

高原护肤霜中的水杨酸苯脂进行含量测定, 该法样品处理简单, 操作方便, 结果满意。

仪器、试剂与样品

日本岛津 UV-3000 型紫外分光光度计

甲醇: 分析纯 上海化学试剂厂

水杨酸苯脂: 第二军医大学药学院提供

硅藻土:化学纯 苏州制药厂生产

测定条件的测定

1. 紫外吸收光谱 取水杨酸苯脂适量,用甲醇(AR)配成每毫升含水杨酸苯脂 16 μg 的溶液,以甲醇为空白,置 1cm 石英吸收池中于 200~400nm 范围扫描,记录吸收光谱,结果如图 1。表明在 240 和 310nm 处有最大吸收峰,因在 240nm 处波长的峰接近末端吸收,所以选用 310nm 波长进行。

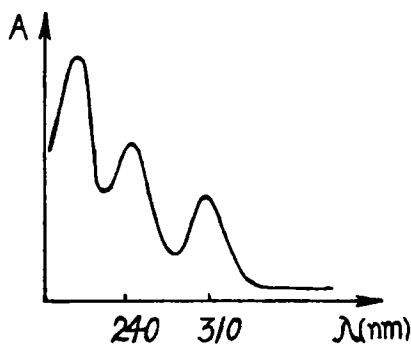


图 1 水杨酸苯脂在甲醇溶液中的吸收曲线

经回归计算 $r=0.9999$ 线性关系良好。

2. 标准曲线

用甲醇作溶剂,配成每毫升含水杨酸苯脂 100mg 的溶液,分别取 0.2、0.3、0.4、0.5、0.6ml 该溶液于 25ml 量瓶中,甲醇稀释至刻度,使成每 ml 含水杨酸苯脂 8、12、16、20、24 μg 的溶液,在 $3.0 \pm 1\text{nm}$ 处测定吸收度,结果在 8~24 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的浓度范围内符合朗伯一比耳定律(如图 2)。

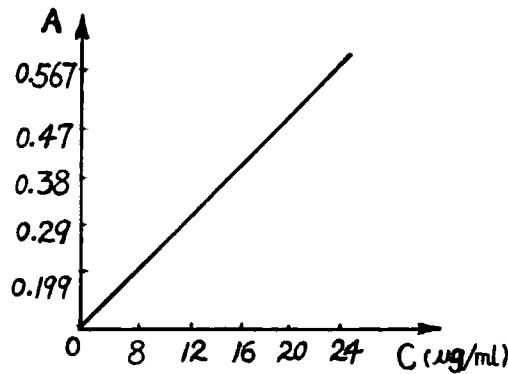


图 2 水杨酸苯脂在甲醇溶液中的标准曲线

含量测定

精密称取高原护肤霜 1g(含主药水杨酸苯脂 10 μg)置 25ml 烧杯中,加入精制硅藻土 0.3g,加甲醇适量研匀,加甲醇 10ml 充分搅拌 5min,用定量滤纸(用甲醇润湿)过滤至 25ml 容量瓶,用甲醇反复荡洗烧杯,自滤器

上添加甲醇至刻度,使成 400 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 溶液。精密取上液 1ml 至 25ml 容量瓶中,甲醇稀释至刻度,使成 16 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 溶液作为样品液,在 310nm 处测定其吸收度经回归方程计算结果如表:

编号	标准品液			样品液			
	浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)	波长(nm)	吸收度	浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)	波长(nm)	吸收度	含量($\mu\text{g}/\text{ml}$)
1	8	310	0.199	16	310	0.382	16.03
2	12	310	0.290	16	310	0.382	16.03
3	16	310	0.380	16	310	0.383	16.08
4	20	310	0.470	16	310	0.380	15.95
5	24	310	0.567	16	310	0.381	15.99

回收率的测定

1. 霜剂基质的吸收特性 (空白基质试验): 精密称取基质 1g 于 25ml 烧杯中, 加入精制硅藻土 0.3 克, 加甲醇适量润湿搅匀, 加入甲醇 10ml 充分搅拌 5min, 用定量滤纸过滤, 甲醇稀释至刻度。

精取上液 1ml 置 25ml 量瓶, 甲醇稀释至刻度在波长 200~400nm 范围扫描记录吸收光谱, 经分析, 基质在 300~400nm 波长范

围内无吸收峰, 如图 3。

2. 回收率的测定

精密称取基质 1g 于 25ml 烧杯中, 加精制硅藻土 0.3g 搅匀, 精密移取标准液 (1mg/ml) 10ml 至上述烧杯充分搅拌 5min, 定量滤纸过滤, 再按上法使成 16 μ g/ml 的溶液在波长 300nm 处测定吸收度 5 次, 计算平均回收率为 100.48%, CV=0.1%。

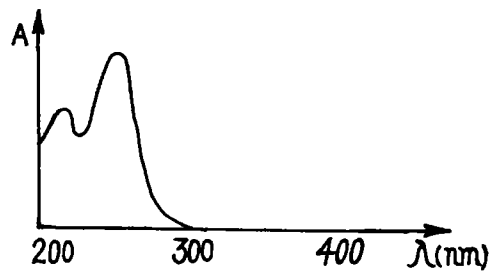


图 3 基质的紫外吸收光谱

编号	浓度(μ g/ml)	波长(nm)	吸收度	含量	回收率(%)	平均回收率(%)	CV(%)
1	16	310	0.383	16.08	100.31		
2	16	310	0.383	16.08	100.31		
3	16	310	0.382	16.03	100.18	100.48	0.1
4	16	310	0.384	16.12	100.75		
5	16	310	0.383	16.08	100.31		

讨论

高原护肤霜具有一定的粘度, 直接用甲醇溶解过滤时常因基质粘于杯壁及在过滤纸上形成滤膜而影响滤过及含量测速的正确性。加入硅藻土后, 既利于分散, 又造成良好的滤

过层。

参考文献

- [1] 于如暇主编. 分析化学. 人民卫生出版社
- [2] 解放军总后卫生部药检所. 药品检验. (1979 年)
- [3] 中国药典一九八五年版

· 征稿通知 ·

本刊自今年第一期开始陆续开辟以下新栏目: “药物经济学”、“上市后药物监测”、“职业药师培训”等, 欢迎广大读者、作者广泛收集有关资料, 积极投稿。