

本文元素分析、红外、核磁共振和质谱由福建物质结构研究所测定。

参考文献

[1] 四川省工业研究所. 重庆医药, 1979, 3: 40

[2] 许景峰. 药学通报, 1987, 22(10): 618

[3] 马剑文. 人民军医, 1987, 2: 15

[4] 中国药典. 二部. 1990年版. 附录

[5] 杭州大学化学系分析化学教研室编. 分析化学手册——第二分册, 第一版. 北京: 化学工业出版社出版, 1982, 646

三波长分光光度法测定防裂霜中维生素E的含量

安徽省立医院(合肥 230001) 施明德 徐碧雄

安徽中医学院(合肥 230038) 张云 孔翎

摘要 维生素E能促进表皮细胞新陈代谢, 并抑制黑色素的产生, 保持健康年轻的肌肤, 而防裂霜中含有富余的维生素E, 能深入肌肤的底层, 具有软化角质、防止粗乾及细小皱纹彻底滋养护肤, 延迟老化。主要用于干、冷气候脸部的滋养及手足皴裂, 可保护并柔润肌肤。本文报导了采用三波长分光光度法, 能消除霜剂中基质的干扰, 不经分离、直接测霜剂中维生素E的含量, 方法简便、可靠、平均回收率为100.04%, 变异系数为0.72%。适用于本制剂的质量控制。

关键词 维生素E 霜剂三波长分光光度法

维生素E的含量测定方法有铊量法^[1], 该法操作繁琐、费时、且应用于霜剂时, 因基质对测定有干扰, 故不适用。有气相色谱法^[2, 3], 该法受条件所限, 目前仪器尚未普及。本文采用三波长分光光度法, 可在不需分离的情况下, 消除霜剂中其它成份的干扰。直接进行测定维生素的含量。

一、仪器与试剂

1. 7530型自动扫描紫外分光光度计, 上海分析仪器厂。

2. 维生素E对照品, 含量100.0%, 中国药品生物制品检定所提供, 上海市药品检验所供给。

3. 维生素E原料, 东北制药总厂, 批号900901, 符合中国药典90年版二部之规定。

4. 无水乙醇(GR级), 上海化学试剂总厂, 批号9008967

5. 霜剂基质: 硬脂酸、单硬脂酸甘油酯、白凡士林、液状石蜡、甘油、三乙醇胺、十二烷基硫酸钠、尼泊金乙酯, 香精等, 以下简称基质。

二、操作准备

1. 霜剂基质制备, 称取按处方比例的基质, 依常规法配制。

2. 维生素E对照品霜剂的制备, 精密称取已知含量的维生素E对照品适量, 称取按处方比例的基质、依常规法配制。

3. 维生素E对照品溶液的制备, 精密称取维生素E对照品 249.8mg, 置100ml棕色量瓶中, 用无水乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀、备用。

4. 维生素E对照品霜剂溶液的制备, 精密称取维生素E对照品霜剂 0.3873g, 置100ml棕色量瓶中, 用无水乙醇溶解并稀释至刻度、猛力振摇15分钟, 静置待沉淀。用干燥滤纸滤过、弃去初滤液, 续滤液滤至澄清, 备用。

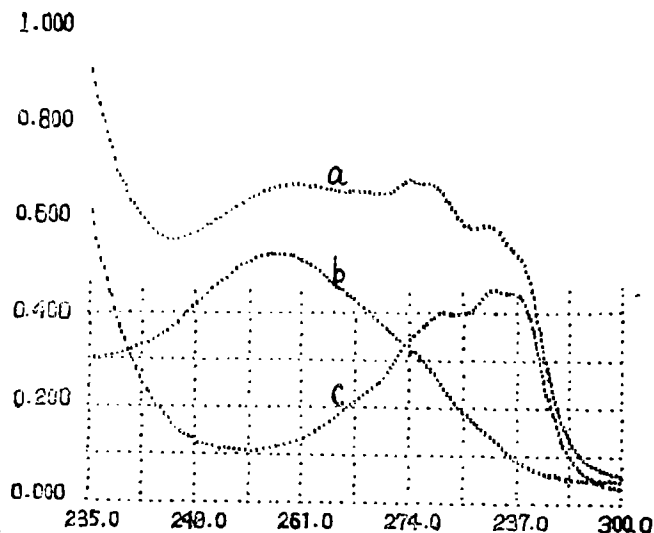
5. 干扰组份霜剂基质溶液的制备, 精密称取霜剂基质0.3803g, 置100ml量瓶中, 用无水乙醇溶解并稀释至刻度、猛力振摇15分钟、静置待沉淀, 用干燥滤纸滤过、弃去初滤

溶、续滤液滤至澄清、备用。

三、测定条件选择

将以上备用液,以无水乙醇作空白、分别

在波长 300~232nm 处进行光谱扫描,狭缝 1nm,扫描速度 120nm/min,得紫外吸收光谱图,见下图。



λ: 274.2 257.6 284.0
 A: 0.679 0.525 0.455 120NM/MIN
 a—VE霜剂
 b—霜剂基质
 c—VE对照品

附图 紫外吸收光谱图

1. 测定波长的选择 根据图谱按照三波长测定原理用作图法在干扰组份霜剂基质溶液的吸取曲线上先选定两点、以此两点所对应的波长292.2nm, 284nm作为测定波长

λ₁和λ₂,固定λ₁和λ₂,改变λ₃,测定霜剂基质溶液在此三点的吸收度值。通过数据处理得ΔA值,对测定波长λ₃进行选择,结果见表1所示。

表1 干扰组份霜剂基质 ΔA = 0 的波长选择

C	λ ₃	A _{292.2}	A _{284.0}	A ₃	ΔA
C ₁	250.7	0.073	0.154	0.477	0.0012
C ₁	250.9	0.070	0.151	0.478	0.0000
C ₁	251.1	0.070	0.151	0.481	0.0010
C ₂	250.7	0.038	0.086	0.275	0.0012
C ₂	250.9	0.032	0.080	0.272	0.0004
C ₂	251.1	0.034	0.081	0.275	0.0011

从表上可看出,λ₃选择在250.9nm为好,

在该波长处尽管改变干扰组份霜剂基质溶液

的浓度,其 ΔA 值仍趋近于零,所以,选定292.2nm、284.0nm、250.9nm,作为待测组份维生素E的待测波长。

2. 测定波长的验证

表2 不同浓度的霜剂基质对VE ΔA 测定值的影响

VE 霜剂基质 25ml溶液中所含的毫克数	A _{292.2}	A _{284.8}	A _{250.9}	ΔA
2.498 36.880	0.150	0.485	0.274	0.3104
2.498 51.632	0.155	0.502	0.347	0.3089
4.498 66.384	0.172	0.529	0.408	0.3101

由表2可知,不同浓度的霜剂基质对维生素E ΔA 值的测定没有影响。证明292.2nm、284.0nm、260.9nm,测定波长选择正确。

四、标准曲线

精密吸取维生素E对照品溶液0.80、1.2

素E对照品溶液与不同浓度的霜剂基质溶液混合,以无水乙醇作空白,在维生素E_{ED}测定波长292.2nm、284.0nm、250.9nm处测定吸收度值。计算得 ΔA 值,结果是表2所示。

1.6、2.0、2.4ml分别置于50ml棕色量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度、摇匀、以无水乙醇作空白,分别在292.2nm、284.0nm、250.9nm波长处测其吸收度值,经数据处理得 ΔA 值,结果见下表3所示。

表3 VE的标准曲线试验

C($\mu\text{g/ml}$)	A _{292.2}	A _{284.0}	A _{250.9}	ΔA
39.968	0.073	0.192	0.059	0.1218
59.952	0.088	0.267	0.060	0.1846
79.936	0.116	0.351	0.080	0.2482
99.920	0.140	0.437	0.094	0.3061
119.904	0.167	0.521	0.114	0.3645

经回归得回归方程式:

$$C = 329.466 \cdot \Delta A - 0.6896, r = 0.9993$$

(n = 5)

由以上证明维生素E浓度在39.968~119.904 $\mu\text{g/ml}$ 范围内浓度与 ΔA 值呈良好线性关系,结果满意。

五、回收率试验

精密吸取维生素E对照品溶液适量分别置50ml棕色量瓶中,再分别精密加入按处方比例霜剂基质适量,制成模拟处方防裂霜剂的溶液,按“标准曲线”项下方法测定其吸收度,计算 ΔA 值, ΔA 值代入回归方程式,求得维生素E的回收率,结果见下表4所示,

表4 防裂霜的回收率试验(n = 3)

编号	投入量 ($\mu\text{g/ml}$)	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	59.952	60.531	100.97		
2	69.944	69.676	99.62		
3	79.936	79.481	99.43	100.04	0.72
4	89.928	90.534	100.67		
5	99.920	99.416	99.50		

六、样品测定

精密称取防裂霜样品适量, 分别置100 ml棕色量瓶中, 用无水乙醇溶解并稀释至刻度, 余下按操作准备项下“4”依法操作, 得澄清液, 按标准曲线项下方法测定其吸收度值计算 ΔA 值。由 ΔA 值代入回归方程式, 求得维生素E的含量, 结果见表5所示,

表5 样品中VE的含量测定(n=3)

批号	标示量 ($\mu\text{g}/\text{l}$)	实测量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	相当于标示量 (%)
930215	80.198	82.991	103.48
930308	102.651	101.656	99.03
930316	75.527	77.435	102.53
930325	100.136	100.869	100.73

七、讨论

1. 中国药典85年版, 90年版(2部)均用气相色谱法测定维生素E的含量, 但对霜剂

中维生素E的含量测定未收载, 即使用气相色谱法, 也得需要进行预处理, 且需用特殊试剂, 操作繁琐、费时, 本文应用三波长法、操作简便、易行、数据可靠、结果满意。

2. 实验证明取样量在0.3至0.5g之间, 稀释在100ml内, 经上法处理, 可得澄清液。差超过0.5g, 就不易得到澄清液, 即使过滤澄清、放置数小时仍有沉淀析出。

3. 实验结果表明, 维生素E的浓度在39.968~119.904 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内, 浓度与 ΔA 值线性关系良好, 符合比尔定律。

参考文献

- [1] 中国药典. 1977年版. 二部. 1977. 579
- [2] 中国药典. 1985年版. 二部. 1985. 500
- [3] 中国药典. 1990年版. 二部. 1990. 648
- [4] 高等医药院校教材. 药物分析. 第二版. 人民卫生出版社, 1986. 319

旋光法测定注射用哌拉西林钠的含量

浙江省武警总队医院药局(嘉兴 314000) 茅志安 方鹏飞

摘要 根据哌拉西林钠有旋光性的特点, 笔者用旋光法测定注射用哌拉西林钠的含量, 方法简便、快速, 平均回收率为100.2%, 相对标准差为.56%, 与碘量法比较结果没有显著差异($P > 0.05$)。

关键词 旋光法 注射用哌拉西林钠

注射用哌拉西林钠的含量测定, 中国药典90年版采用高效液相法, 结果可靠准确, 但测定条件要求高, 不适合于药厂生产中中间品的控制, 而剩余碘量法^[1]操作较繁琐。我们根据注射用哌拉西林钠有旋光性的特点(比旋度 $170 \sim 190^\circ$)^[2], 利用旋光法测定注射用哌拉西林钠的含量, 方法简便、速度快,

结果满意。

一、仪器和试剂

1. WZZ-1型自动指示旋光仪(上海光学仪器修理厂)。
2. 哌拉西林钠(注射用, 含量大于99.0%*上海第三制药厂)。
3. 注射用哌拉西林钠针(上海第三制药厂, 福建省三明制药厂)。

*利用剩余碘量法测定

二、测定方法

1. 标准曲线的绘制 精密称取 105°C 干燥至恒重的哌拉西林钠(含量大于99.0%)一