

再精密量取稀释液 1ml, 置 50ml 容量瓶中, 采用二阶导加水稀释至刻度, 摇匀。在 312.8±0.2nm 处

表 1 复方水杨酸醇溶液回收率试验结果

编号	投入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	平均回收率	RSD
1	19.64	19.64	100.00%		
2	39.28	39.28	100.00%	99.75%±0.35%	0.34%
3	98.20	97.47	99.26%		

数光谱测定振幅 L 值, 按回归方程计算含量。我们用此法测定了三批复方水杨酸醇溶液中水杨酸的含量, 分别为 98.62%, 99.83%, 99.50%, 均在合格范围内。

参考文献

[1]中国人民解放军部后勤部卫生部编. 中国人民解放军医疗单位制剂规范. 1991 年版. 北京: 人民军医出版社, 1991: 59

## 双波长分光光度法测定复方氯霉素洗剂含量

洪慧丰 李安华

(上海宝冶职工医院药剂科 上海 200941)

**摘要** 本文应用双波长分光光度法测定复方氯霉素洗剂中氯霉素和水杨酸的含量, 作者按方法学研究的要求进行了一系列实验, 证实本法操作简便, 无需分离, 结果准确, 平均回收率分别为 100.14%, 100.45%。

**关键词** 双波长分光光度法; 氯霉素; 水杨酸

复方氯霉素洗剂是一个以氯霉素、水杨酸为主要成份的外用洗剂, 具有止痒、杀菌、消炎作用, 用于脂溢性伴毛囊炎型皮炎。其中氯霉素的含量测定《中国医院制剂规范》<sup>[1]</sup>采用亚硝酸钠法, 此法操作繁琐费时, 且终点不易掌握。如用紫外分光光度法, 由于水杨酸在紫外区有吸收, 干扰测定。为此作者采用双波长分光光度法<sup>[2][3]</sup>, 不经分离直接测定氯霉素和水杨酸的含量, 获得了满意的结果。文献中未见用双波长法作此二者测定的报道。

### 一、仪器和药品

(一) 仪器 7520 型分光光度计(上海分析仪器厂)

(二) 药品 氯霉素、水杨酸、薄荷脑、甘油、乙醇均符合中国药典 1985 年版规定。

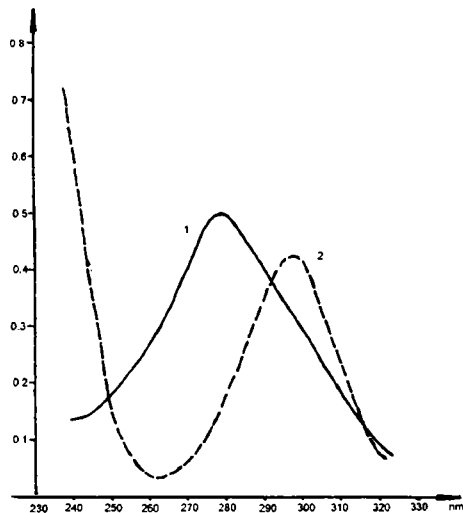
(三) 样品 氯霉素 10g, 水杨酸 20g, 薄荷脑 5g, 甘油 25ml, 乙醇 800ml, 蒸馏水加至

1000ml。

### 二、实验方法和结果

(一) 吸收光谱的绘制 按处方比例精密称取氯霉素 0.20g, 水杨酸 0.20g, 薄荷脑 50mg, 分别置 10ml 量瓶中, 用 80% 乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密量取各 1.0ml, 分别置 100ml 量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。精密量取各 2.0ml, 分别置 50ml 量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 摇匀。以水为空白, 在 220nm~400nm 波长测定吸收度, 绘制各自的吸收光谱, 见附图。

(二) 测定波长点的选择 由图可知薄荷脑在紫外区无吸收。氯霉素在 278nm 处有最大吸收, 确定为测定波长。但水杨酸在此处有干扰吸收, 经作图和测试, 水杨酸在 278nm 的等吸收波长为 315nm, 故选用 λ278、λ315 为测定氯霉素的波长对。同法测知水杨酸在



附图 紫外吸收光谱

1. 氯霉素 2. 水杨酸

298nm 有最大吸收,而氯霉在 298nm 处的吸收波长为 262nm,故选用  $\lambda_{262}$ 、 $\lambda_{298}$  为测定水杨酸的波长对。

(三)线性考察 精密称取氯霉素

0.20g,水杨酸 0.20g,置 10ml 量瓶中用 80% 乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 1.0ml 量 100ml 量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。精密量取稀释液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml,分别置 50ml 量瓶中加蒸馏水至刻度,摇匀。以水为空白,在 262nm、298nm 和 278nm、315nm 处测定吸收度,求出  $\Delta A$ 。结果表明氯霉素、水杨酸在 4.0~20.0 $\mu\text{g/ml}$  范围内线性关系良好,其回归方程为:氯霉素  $\Delta A = 0.009695 + 0.01919C, r = 0.9999$ ;水杨酸  $\Delta A = -0.000101 + 0.02281C, r = 0.9998$ 。

(四)精密度测定 精密量取上述乙醇配制液 1.0ml 5 份,照标准曲线法测定吸收度,计算测定误差,结果符合要求。

(五)回收率试验 精密配制复方氯霉素洗剂 5 批,各精密量取 1.0ml,同上法稀释,制成含氯霉素和水杨酸各 8 $\mu\text{g/ml}$  的测定液,于四个波长处分别测定吸收度,代入回归方程计算氯霉素、水杨酸含量(见表 1)。

表 1 回收率试验结果

序号	氯霉素			水杨酸		
	投入量( $\mu\text{g/ml}$ )	实测量( $\mu\text{g/ml}$ )	回收率(%)	投入量( $\mu\text{g/ml}$ )	实测量( $\mu\text{g/ml}$ )	回收率(%)
1	0.2015	0.2010	99.75	0.2003	0.1996	99.64
2	0.2011	0.2010	99.95	0.2010	0.2028	100.90
3	0.2012	0.2010	99.90	0.2011	0.2028	100.83
4	0.2011	0.2032	101.04	0.2009	0.2028	100.95
5	0.2035	0.2036	100.05	0.2038	0.2039	99.95
平均回收率 $\bar{x}\%$			100.14	100.45		
变异系数 RSD			0.52	0.61		

表 2 两法测定结果比较(实测量/标示量)

批号	氯霉素		水杨酸	
	双波长法(%)	亚硝酸钠法(%)	双波长法(%)	中和法(%)
940802-1	99.91	97.43	99.95	99.71
940802-2	99.57	96.59	99.90	99.90
940809-1	99.85	98.01	99.65	100.20
940809-2	99.86	98.01	98.86	100.64
940808	100.61	97.48	99.58	100.94
$P^{[4]}$	<0.01		>0.05	

(六)方法比较 将回收率试验中用本法测定的结果与《中国医院制剂规范》法测定的结果进行比较(见表 2),t 检验表明水杨酸的两种测定法没有显著性差异,而氯霉素的测定如用《中国医院制剂规范》所载的亚硝酸钠法终点不易判断,往往提前,结果偏低,两种测定法有高度的显著性差异。因此可以说本法可代替《中国医院制剂规范》法,而氯霉素的测定误差更小,结果更准确。

### 三、结论

作者进行了线性考察,精密度、回收率测定以及两种方法测定结果的比较,完全符合

含量测定方法学研究的要求。结果表明本法简便快速,结果准确,符合医院快速检验的要求。

### 参考文献

- [1]中华人民共和国卫生部药政局编. 中国医院制剂规范 西药制剂. 第二版. 北京:中国医药科技出版社,1995:103
- [2]安登魁主编. 药物分析. 第二版. 北京:人民卫生出版社,1986:317
- [3]钱丽华等. 中国医院药学杂志,1993;13(6):265~6
- [4]钱漪等. 实用药学计算. 第一版. 湖南科技出版社,1983:302,313~9

## 药物分析方法学研究与质量保证体系的实践

陶巧凤

(浙江省药检所 杭州 310004)

**摘要** 本文论述了药物分析方法学的研究过程及其效能参数的选择,并提供了准确度(回收率)、选择性、精密度、线性与范围、灵敏度(检测限和定量限)、通用性、待测样品稳定性等参数的详细实验操作步骤。本文强调在分析方法学研究和实际样品测定过程中,建立质量保证体系的必要性和重要性,以便与 GLP 和 ISO 有关指南接轨。

**关键词** 质量保证;药物分析方法;认证

## Practice of study on pharmaceutical analysis methodology and quality assurance system

Tao Qiaofeng

(Zhejiang provincial institute for drug control Hangzhou 310004)

**ABSTRACT** This paper discussed the procedures for validating pharmaceutical analysis methods and selecting the validation parameters. The importance was stressed for developing the quality assurance system.

**KEY WORDS** Quality Assurance, pharmaceutical analysis method, validation

各种样品基质中药物分析方法学研究,在控制药品质量和研制新药质量标准中具有非常重要的作用。为了保证药物分析方法的可靠、有效和通用性,必须系统地与科学地研

究方法学,并采用特征性效能参数(performance parameters)加以认证(validation)。不同分析方法具有各自特点并随分析对象而变化,国外制药公司和药物分析实验室也都有