

双波长紫外分光光度法测定复方氯霉素醇溶液的含量

刘志邦 梁 君 余谨发*

(总后卫生部药品仪器检验所 北京 100071)

摘要 复方氯霉素醇溶液由氯霉素和水杨酸组成,其含量测定方法大都采用化学滴定法,操作繁琐、费时、费事。本文采用双波长紫外分光光度法,不经分离,一次可同时准确测定氯霉素和水杨酸的含量,平均回收率分别为 $99.96 \pm 0.30(\%)$ 和 $100.29 \pm 0.48(\%)$ 。用本法测定两批样品,并与文献记载的化学测定方法进行比较,两者结果相符。本法具有样品取量少、操作简便、结果准确等优点,可用于医院制剂的快速检验。

关键词 双波长;分光光度法;氯霉素;含量

复方氯霉素醇溶液由氯霉素和水杨酸组成^[1],许多医院制剂规范也收载类似的处方^[2,4],其含量测定方法大都采用化学滴定法,操作繁琐、费时、费事。本文采用双波长紫外分光光度法,不经分离,一次可同时准确测定氯霉素和水杨酸的含量,平均回收率分别为 $99.96 \pm 0.30(\%)$ 和 $100.29 \pm 0.48(\%)$ 。

一、仪器与试剂

岛津 UV-240 型紫外分光光度计(日本)

氯霉素、水杨酸均符合中国药典 1985 年版的规定。

二、方法与结果

(一)实验条件的选择

氯霉素与水杨酸均易溶于乙醇,为了和处方保持一致,氯霉素与水杨酸均用 75% 乙醇溶解,并均稀释成 $20\mu\text{g}/\text{ml}$,以 75% 乙醇作空白进行扫描(见图 1)。从图 1 可见,氯霉素 $\lambda_{\text{max}}=277\text{nm}$,水杨酸 $\lambda_{\text{max}}=300\text{nm}$ 与文献基本一致^[5]。放置 20 小时后,氯霉素和水杨酸的最大吸收峰及吸收值不变。

(二)氯霉素测定方法

1. 参比波长 λ_1^R 和测定波长 λ_1^S 的选定

由吸收图谱(图 1)可见,欲测组分氯霉素在 277nm 处有最大吸收,定为测定波长

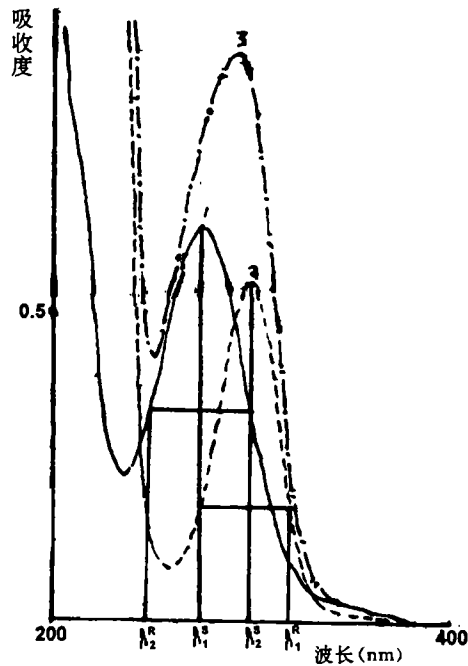


图 1 复方氯霉素醇溶液吸收曲线

1. 氯霉素 ($20\mu\text{g}/\text{ml}$)
2. 水杨酸 ($20\mu\text{g}/\text{ml}$)
3. 混合液(氯霉素水杨酸各 $20\mu\text{g}/\text{ml}$)

λ_1^S 。而在水杨酸吸收曲线上与 277nm 处具有相同吸收度的波长位于 322nm 附近,定为参比波长 λ_1^R 。另取不同浓度的水杨酸溶液,于欲测溶液的最大吸收波长 277nm 处测定吸收度,然后于 320—323nm 波长间找出等吸

* 南昌铁路中心医院

收波长为 322.2nm。

2. 氯霉素浓度 C 和 ΔA 的线性试验

精密量取每毫升含氯霉素 200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液 0.4、0.6、0.8、1.0、1.2ml, 分别置 10ml 量瓶中, 用 75%乙醇稀释至刻度, 摇匀。以 75%乙醇作空白, 在 277nm 和 322.2nm 处分别测其吸收度, 并计算 ΔA 值, 结果见表 1。

表 1 氯霉素浓度 C 和 ΔA 线性关系

	氯霉素($\mu\text{g}/\text{ml}$)				
	8	12	16	20	24
ΔA	0.241	0.349	0.457	0.561	0.669

ΔA 对浓度 C 回归, 得回归方程为:

$C = 37.4516\Delta A - 1.0555, r = 0.9999$ 。证明在 8—24 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度范围内, 氯霉素的浓度 C 和 ΔA 呈线性关系。

(三) 水杨酸测定方法

1. 参比波长 λ_2^R 和测定波长 λ_2^S 的选定

根据图 1, 选择水杨酸的最大吸收波长 300nm, 定为测定波长 λ_2^S 。而在氯霉素吸收曲线上与 300nm 处具有相同吸收度的波长位于 253nm 附近, 定为参比波长 λ_2^R 。另取不同浓度的氯霉素溶液, 于欲测溶液的最大吸收波长 300nm 处测定吸收度, 然后于 251—254nm 波长间找出等吸收波长为 253.3nm。

表 3 回收率试验的测定结果

序号	氯霉素			水杨酸		
	投入量($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测得量($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率(%)	投入量($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测得量($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率(%)
1	16	16.06	100.37	16	16.14	100.88
2	18	18.01	100.04	18	18.16	100.09
3	20	19.99	99.96	20	20.14	100.70
4	22	21.98	99.90	22	21.94	99.74
5	24	23.89	99.53	24	24.01	100.03
$\bar{x} \pm S$		99.96 \pm 0.30(%)			100.29 \pm 0.48(%)	

(五) 样品测定

精密量取样品 0.5ml, 置 50ml 量瓶中, 用 75%乙醇稀释至刻度, 摇匀。取稀释液 1ml, 置 10ml 量瓶中, 用 75%乙醇稀释至刻度, 摇匀。以 75%乙醇作空白, 在 277nm、

2. 水杨酸浓度 C 和 ΔA 线性试验

精密量取每毫升含水杨酸 200 μg 的溶液 0.4、0.6、0.8、1.0、1.2ml, 分别置 10ml 量瓶中, 用 75%乙醇稀释至刻度, 摇匀。以 75%乙醇作空白, 在 300nm 和 253.3nm 处分别测其吸收度, 并计算 ΔA 值, 结果见表 2。

表 2 水杨酸浓度 C 和 ΔA 线性关系

水杨酸 $\mu\text{g}/\text{ml}$	8	12	16	20	24
ΔA	0.171	0.260	0.350	0.444	0.534

ΔA 对浓度 C 回归, 得回归方程为:

$C = 43.9524\Delta A + 0.5375, r = 0.9999$ 。证明在 8—24 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度范围内, 水杨酸的浓度 C 和 ΔA 呈线性关系。

(四) 回收率试验

精密量取每毫升含氯霉素 200 μg 的溶液 0.8、0.9、1.0、1.1、1.2ml, 分别置 10ml 量瓶中。再依次分别精密加入每毫升含水杨酸 200 μg 的溶液 0.8、0.9、1.0、1.1、1.2ml, 用 75%乙醇稀释至刻度, 摇匀。以 75%乙醇作空白, 分别测出在 277nm、322.2nm 和 300nm、253.3nm 处各自的吸收度差(ΔA), 分别代入氯霉素与水杨酸的回归方程, 即可求出各自的浓度。结果见表 3:

322.2nm 和 300nm、253.3nm 处测定吸收度, 并计算其吸收度差(ΔA), 分别代入氯霉素和水杨酸的回归方程, 求出其含量。并与文献^[1]的化学测定方法进行比较, 结果见表 4。

表 4 样品测定结果(n=3)

批号	氯霉素(为标示量的%)				水杨酸(为标示量的%)			
	文献法 ^[1]	RSD	本法	RSD	文献法 ^[1]	RSD	本法	RSD
910220	97.02	0.22%	98.26	0.68%	97.83	0.93%	98.28	0.54%
910301	101.24	0.92%	102.58	0.86%	101.09	0.95%	102.24	0.77%

三、讨论

(一)双波长紫外分光光度法用等吸收波长消除干扰时,仪器的波长一定要经过严格校准,否则将会引入较大误差。

(二)等吸收波长选择的准确与否对测定结果的影响很大。因等吸收波长选择在吸收曲线的陡部,又因等吸收波长随浓度的改变而稍有变化,故在测定等吸收波长时,最好配成不同浓度的溶液进行测定。

(三)本法具有样品取量少、操作简便、结果准确等优点,可用于医院制剂的快速检验。

参考文献

- [1]中国人民解放军药品制剂规范.人民军医出版社,1985
- [2]中国医院制剂规范.天津科技翻译出版公司,1989
- [3]药局技术操作手册.山东科学技术出版社,1982
- [4]广州军区后勤卫生部编.广州部队医院制剂选编,1989
- [5]沈克温等主编.实用药物分离鉴定手册.人民军医出版社,1986

复方磺胺嘧啶银混悬液中两组分含量的同时快速测定法

林建设 王青梅 周国华*

(解放军第 174 医院 厦门 361003)

摘要 本文利用偏最小二乘——紫外分光光度法同时测定复方磺胺嘧啶银混悬液中磺胺嘧啶银和醋酸洗必泰的含量。平均回收率分别为:100.48±0.18%和 100.49±0.30%(置信度 95%)。实测三批样品,结果准确可靠。

关键词 偏最小二乘法;紫外分光光度法;同时测定;复方磺胺嘧啶银混悬液;磺胺嘧啶银;醋酸洗必泰

Simultaneously rapid determination of two components in compound sulfadiazine argenticum suspensions

Lin Jianshe, Wang Qingmei, Zhou Guohua

(No. 174th Hospital of PLA Xiamen 361003)

ABSTRACT Two components of sulfadiazine argenticum and chlorhexidini acetate in compound sulfadiazine argenticum suspensions are determined simultaneously by using PLS method in this paper. The average recovery ratio of two components are 100.48±0.18% and 100.49±0.30% respectively (confidence 95%). Three batches of sample were determined and the results were accurate and reliable.

KEY WORDS PLS method, UV-Spectrophotometric, Determine simultaneously, Compound

* 南京军区药品检验所 南京 210002