

可见分光光度计上 λ_{\max} 620nm 处测吸收度(A), 同时以蒸馏水按同样操作做空白对照, 重复测定 3 次。取各浓度点 A 的平均值与相应的浓度值(C)作回归处理, 得回归方程: $A = 1.069 \times 10^{-3} C - 6.05 \times 10^{-3}$, $r = 0.9998$ ($n = 7$)。线性范围为 $50 \sim 800 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。

测定液在放置 1, 2 和 4h 后测定 A 值, 结果基本不变。

2.2 尿液中对乙酰氨基酚的含量测定和精密度试验

健康受试者一次口服对乙酰氨基酚片(0.3g/片) 1 片, 服药后 4h 收集尿液。精取上述尿液 1.0ml, 并精取空白尿(受试者服药前的尿液) 1.0ml, 按标准曲线项下从“加 4mol/L 盐酸溶液 4.0ml”开始同样操作, 于 620nm 处以空白校正测 A, 由回归方程求出浓度。重复测定 6 次, 得尿药浓度($\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$) 数据如下: 0.139, 0.135, 0.139, 0.137, 0.140 和 0.138, 平均浓度为 $134.8 \mu\text{g}/\text{ml}$, RSD 为 1.25%。

2.3 回收率试验

精取上述已测的含量的尿液 1.0ml, 加入对乙酰氨基酚标准对照品 $100 \mu\text{g}$, 并以空白尿作空白校正, 同样操作, 重复测定 6 次。计算出回收率, 平均回收率为 98.5%, RSD 为 1.54%。

2.4 药典方法和该法测定片剂含量

取对乙酰氨基酚片(0.3g/片) 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量按《中国药典二部(2000 年版)》^[1] 对乙酰氨基酚含量测定项下测含量; 另精密称取适量(约相当于本品 300mg), 热水 50ml 溶于 100ml 量瓶中, 振摇 15min, 冷却, 加水至刻度, 摇匀, 用干燥滤纸过滤, 弃去初滤液, 精取续滤液 10ml 置 100ml 量瓶中, 加水至刻度, 精取 1.0ml, 按本文方法测定并计算含量。结果药典和本法测得的含量分别为标示量的 98.9%、99.4%。说明本法测定结果与药典方法较接近。

3 讨论

实验结果表明标准曲线, 稳定性, 精密度和准确度均较好, 在 λ_{\max} 620nm 处测定排除了尿液中黄色物质的干扰, 说明本法用于测定尿液中对乙酰氨基酚及其络合物的总含量是切实可行的, 为尿药法研究对乙酰基酚的药代动力学建立了一个可靠的测定方法。

参考文献:

- [1] 中国药典·二部·临床用药须知[S], 1989: 113
- [2] 蔡洪生, 罗胜德, 苏玮, 等. 咳感灵等五种片剂中扑热息痛溶出速率的研究[J]. 中国医院药学杂志, 1986, 6(7): 292
- [3] 中国药典·2000 年版二部[S]: 196

收稿日期: 2001-12-10

旋光法和紫外分光光度法测定卡地滴眼液含量

李伊庆, 王海燕, 姜宗文(解放军第 461 医院, 长春 130021)

摘要 目的: 建立卡地滴眼液的含量测定方法。方法: 用旋光法测定卡地滴眼液中卡那霉素的含量, 用紫外分光光度法测定卡地滴眼液中地塞米松磷酸钠的含量。结果: 在 $1.0 \sim 5.0 \text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ 范围内旋光度与卡那霉素的浓度呈线性关系 ($r = 0.9999$), 回收率平均为 99.3%, $RSD = 0.40\%$ ($n = 5$); 在 $6 \sim 21 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 范围内吸光度与地塞米松磷酸钠的浓度呈线性关系 ($r = 0.9998$, $n = 6$), 回收率平均为 99.2%, $RSD = 0.20\%$ ($n = 5$)。结论: 本法简便、快速、准确, 适用于医院制剂的快速检验。

关键词 旋光法; 紫外分光光度法; 卡那霉素; 地塞米松磷酸钠; 滴眼液

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2002)03-0174-03

Assay of kanamycin and dexamethson in DICA eye drops by polarimetric analysis and ultraviolet specyrophotometry

Li Yi- qing, WANG Hai- yan, JIANG Zong- wen(No. 461 Hospital of PLA, Changchun 130021, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a method for detemining the concentration of kanamycin and dexamethson in DICA eye drops. **METHED:** The concentration of kanamycin was determined by polarimetric analysis, ultraviolet specyrophotometry was employed for determination of dexamethson sodium phosphate. **RESULTS:** The average recovery of kana-

mycin was 99.3%, RSD= 0.40% (n= 5); the average recovery of dexamethson sodium phosphate was 99.2%, RSD= 0.20% (n= 5). **CONCLUSION:** It is a simple method for the quantitative analysis of compound preparation.

KEY WORDS polametric analysis ; ultraviolet specyrophotometry ; kanamycin; dexamethson sodium phosphate; eye drops

卡地滴眼液为我院眼科常用制剂,用于结膜炎、角膜炎、虹膜炎的治疗。本文利用卡那霉素的旋光性,采用旋光法测定滴眼液中卡那霉素的含量^[1];利用地塞米松磷酸钠在 240nm 处有紫外吸收^[2],用紫外分光光度法测定滴眼液中地塞米松磷酸钠的含量。

1 仪器与试剂

UV-210A 紫外分光光度计(日本岛津公司); WZZ-1 自动指示旋光仪(上海光学仪器修理厂); 地塞米松磷酸钠对照品(中国生物制品检定所); 卡那霉素标准品(中国生物制品检定所); 卡地滴眼液(本院制剂室配制,批号分别为 010118, 010207, 010423); 氯化钠注射液(本院制剂室配制,批号为 010602)。

2 实验方法

2.1 对照品和供试品溶液的配制

精密称取地塞米松磷酸钠对照品 50mg,置 50ml 容量瓶中,加氯化钠注射液溶解并稀释至刻度,摇匀得地塞米松磷酸钠标准贮备液。精密量取上液 1ml,置 50ml 容量瓶中,加氯化钠注射液溶解并稀释至刻度,摇匀得地塞米松磷酸钠供试品溶液;精密称取卡那霉素标准品 500mg,置 50ml 容量瓶中,加氯化钠注射液溶解并稀释至刻度,摇匀得卡那霉素标准贮备液。精密称取上液 5ml,置 50ml 容量瓶中,加氯化钠注射液溶解并稀释至刻度,摇匀得卡那霉素供试品溶液。

2.2 测定条件的选择

以氯化钠注射液为空白,取供试品溶液在 200

~ 400nm 范围内扫描,结果地塞米松磷酸钠在 261nm 处有最大吸收,但吸收峰不尖锐,卡那霉素无吸收,故利用紫外分光光度法测定滴眼液中地塞米松磷酸钠的含量,选定 240nm 为测定波长^[1];以氯化钠注射液为空白,取供试品溶液测定旋光度,卡那霉素与地塞米松磷酸钠均有旋光,但地塞米松磷酸钠的旋光度极小,可忽略,故利用旋光法测定滴眼液中卡那霉素的含量^[2]。

2.3 标准曲线的制备

2.3.1 精密量取卡那霉素标准贮备液,以氯化钠注射液为稀释液,配成 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0mg·ml⁻¹ 的浓度梯度。以氯化钠注射液为空白,测定旋光度 α,以 α 对浓度 C 作线性回归,得回归方程:

$$\alpha = 0.0164 + 0.2377C \quad (r = 0.9999)$$

2.3.2 精密量取地塞米松磷酸钠标准贮备液,以氯化钠注射液为稀释液,配成 6, 9, 12, 15, 18, 21μg·ml⁻¹ 的浓度梯度。以氯化钠注射液为空白,在 240nm 处测定吸收度 A,以 A 对浓度 C 作线性回归,得回归方程:

$$A = 0.0248C - 0.0201 \quad (r = 0.9998)$$

2.4 稳定性试验

以上溶液放置 24h 后测定,数值基本恒定。

2.5 回收率试验

分别按处方量中比例的 80% ~ 120% 加入 105℃干燥至恒重的地塞米松磷酸钠和卡那霉素按供试品溶液的配制方法配制,并分别测定吸收度和旋光度,以回归方程计算回收率,结果见表 1。

表 1 地塞米松磷酸钠和卡那霉素加样回收率测定结果 (n= 5)

样品名称	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{x} \pm s$ (%)	RSD(%)
地塞米松磷酸钠	18.54	18.38	99.1		
	19.76	19.62	99.3		
	21.78	21.62	99.3	99.2	0.20
	24.43	24.30	99.4	±0.2	
	20.78	20.58	99.0		
卡地霉素	487.62	486.37	99.7		
	504.33	498.45	98.8		
	506.77	504.27	99.5	99.3	0.40
	513.47	508.39	99.0	±0.4	
	508.55	506.78	99.6		

2.6 样品含量测定

取卡地滴眼液 3 批,按供试品溶液的配制方法

配制供试品溶液,分别测定吸收度和旋光度,依据回归方程计算其对于标示量的百分含量,结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果 ($n=5$)

批号	$\bar{x} \pm s$ (%)	
	地塞米松磷酸钠	卡那霉素
010118	99.5 ± 0.2	101.4 ± 0.3
010207	99.4 ± 0.2	101.5 ± 0.2
010423	99.3 ± 0.3	101.4 ± 0.2

3 讨论

临床实践表明,当联合应用肾上腺皮质激素和抗菌素时,可以使患者使用更方便,获得较好的依从性;同时可以保证这两种成分的适当配比和剂量的准确性。

从表 2 中可以看出,卡地滴眼液中卡那霉素的标示量含量均在 100% 以上,这是由于地塞米松磷酸钠和卡那霉素均有旋光性,且均是右旋,所以卡那霉素的旋光度测定值较实际值偏高,但地塞米松磷酸钠对卡那霉素的旋光度影响很小(卡地滴眼液中地塞米松磷酸钠的旋光度约为 0.015~0.020)^[3],故

我们在实际测定中可直接利用旋光法测定卡地滴眼液中卡那霉素的含量,但当所测得卡那霉素的标示量含量超过 105% 时,应扣除地塞米松磷酸钠的旋光度的影响,精密计算卡那霉素的旋光度,进而算出卡那霉素的标示量含量。

本法测得结果准确,线性关系、回收率、重复性均良好,方法简便、快速,特别适用医院制剂的检验。

致谢:地塞米松磷酸钠对照品与卡那霉素标准品均由中国人民解放军沈阳军区药品检验所提供,特此致谢!

参考文献:

- [1] 中国药典 2000 版. 二部[S] 2000: 859.
- [2] 中国药典 2000 版. 二部[S] 2000: 222.
- [3] 郑明兰, 张志勇, 管玫等. 旋光法测定地塞米松磷酸钠滴眼液含量[J]. 中国医院药学杂志, 2000, 20(6): 340.

收稿日期: 2001-07-19

近红外光谱技术及其在天然产物分析中的应用

朱斌, 单磊, 刘荔荔, 陆峰(第二军医大学药学院, 上海 200433)

摘要 目的:介绍近红外漫反射光谱法这一新分析的技术。方法:以国内外有代表性的文献进行归纳和综述。结果:综述了近红外漫反射光谱的原理、特点及其在天然产物定性、定量分析中的应用。结论:近红外漫反射光谱(NIRDRS)具有简便,快速,无污染,低消耗和样品无损等优点,应用广泛,发展前景广阔。

关键词 近红外漫反射光谱;天然产物;定性分析;定量分析

中图分类号: R917 文献标识码: B 文章编号: 1006-0111(2002)03-0176-04

近红外光谱(near-infrared spectra, NIRS)是指位于可见光谱区到中红外光谱区之间的部分,其波长范围为 780~2526nm。近红外谱区的信息主要是分子内部 OH、NH、CH 官能团的倍频吸收及其伸缩振动、弯曲振动的合频吸收的信息,几乎包括有机物中所有含氢基团的信息,信息量极为丰富。但其吸收弱、谱带复杂、重叠多,尽管发现很早,由于当时技术条件无法将其信息提取出来,限制了近红外光谱的应用。随着仪器制造技术的发展,新的光谱理论与光谱分析方法,特别是化学计量学和计算机技术的不断应用与深入^[1],使多组分分析中多元信息处理的理论与技术得到发展,它们被用来解决近红外光谱信号等困难,使近红外光谱分析技术得到复兴和发展,而且被认为可能成为快速、实时成分分析和过程控制的最先导技术,是分析领域中的先锋和方向^[2]。本文主要对这一技术的原理,方法及其在天

然产物分析中的应用进行了讨论。

1 近红外光谱技术

1.1 定量分析技术

天然产物的化学成分很复杂,通常对其成分进行含量测定方法有薄层色谱法、高效液相色谱、气相色谱法等一些分离分析法,这些方法首先要进行提取等处理,一般操作都较烦琐、效率低。近红外光谱法用于复杂样品的定量测定时,因其谱带较宽且重叠,不能直接用 Beer 定律,必须利用一定的化学计量学技术才能将样品近红外光谱法中的信息提取出来,应用较多的方法是多元线性回归分析、主成分分析法(PCR)、偏最小二乘法(PLS)、人工神经网络法(ANN)等^[3]。运用近红外光谱分析技术进行定量分析,其关键是建立预测效果优秀的数学模型。近红外的定量分析步骤如下:

第 1 步:选择校正样品集。选取其中大部分用