

表1 小檗碱含量测定回收率试验 ($n=3$)

本底量 (mg)	加入量 (mg)	理论值 (mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.77	0.55	1.32	1.3015	98.60		
0.77	0.33	1.10	1.0976	99.78	98.65	1.12
0.77	0.11	0.88	0.8586	97.57		

3 讨论

溴酚蓝为二元弱酸,介质 pH 值为 3.8 时解离成 BPB^{-1} ,可与某些生物碱形成离子对,其氯仿提取液在 400~420nm 波长范围内有最大吸收,虽可用于含量测定但选择性差。溴酚蓝在 pH 值为 6.7 的介质中解离成 BPB^{-2} ,只有溴酚蓝和某些季铵碱如小檗

碱存在时不能被有机相提取,加入奎宁后才能形成稳定的三元络合物,并容易被氯仿提取,超声处理一次即可提取完全,在 610nm 波长处有强烈吸收。其它共存的非季铵碱类生物碱如苦参碱在此介质中难以形成离子对,也不能形成三元络合物,故不干扰小檗碱的含量测定。

参考文献:

- [1] 肖崇厚. 中药化学[M]. 上海:上海科学技术出版社,2000:142.
[2] 安登魁. 药物分析[M]. 济南:济南出版社,1994:1210.

收稿日期:2003-11-17

紫外分光光度法测定樟脑霜中樟脑的含量

沈丽萍, 邓筱华, 王 建(上海市浦东新区人民医院药剂科, 上海 201200)

摘要 目的:建立樟脑霜中樟脑的含量测定方法。方法:采用紫外分光光度法,以(289±1)nm 波长处测定剂中樟脑的含量。结果:樟脑含量在 1.28~3.84mg/mL 的浓度范围内,呈良好的线性关系($r=0.9999$),平均回收率 $101.7 \pm 0.4\%$,RSD 为 0.4%。结论:本法简单、准确,能够排除制剂中基质的干扰,可用于樟脑霜质量控制。

关键词 紫外分光光度法;樟脑霜;樟脑

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)05-0296-02

Determination of camphor in camphor cream by UV spectrophotometry

SHEN Li-ping, DENG Xiao-hua, WANG Jian (Pudong New Area People's Hospital, Shanghai 201200, China)

ABSTRACT Objective: To develop a method for determination of content of camphor in camphor cream. **Methods:** The content of camphor in camphor cream was determined by UV spectrophotometry. The detection wavelength was (289±1)nm. **Results:** There was a good linear relation between camphor content and Abs in the range of 1.28~3.84mg/mL. The average recovery was 101.7% with RSD of 0.4%. **Conclusion:** The method is simple and accurate.

KEY WORDS UV spectrophotometry; camphor cream; camphor

樟脑霜为皮肤刺激药,具有止痒,润肤作用,通常用于瘙痒症。在中华人民共和国药典 2000 版(二部)、中国医院制剂规范(第 2 版)及上海市医院制剂手册(第 3 版)中,只对樟脑进行鉴别,没有含量测定的方法。作为医院的自制制剂,为了进行质量控制,确保病人用药安全有效,我们利用紫外分光光度法,对其有效成分樟脑的含量测定方法进行了考察。

其处方组成为:樟脑 40g,十八醇 50g,硬脂酸 100g,凡士林 50g,石蜡油 150g;甘油 100g,十二烷基硫酸钠 3g,三乙醇胺 2mL,羟苯乙酯 1g,水适量,共制成 1 000g。

作者简介:沈丽萍(1963-),女,主管药师。Tel:(021)58981990×2120
E-mail: zsy26@citiz.net.

1 仪器与试剂

UV-2401 型紫外分光光度计(日本岛津);电子天平(梅特勒-托利 AE240);樟脑(苏州合成化工有限公司,批号 020906);羟苯乙酯(广东台山新宇制药,批号 021001),95%乙醇为分析纯。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择

2.1.1 樟脑 取樟脑约 0.2g(干燥器内放置 24h)精密称定,用适量的 95%乙醇溶解并转移至 100mL 量瓶中,加 95%乙醇至刻度,振摇,含量为 2mg/mL。

2.1.2 基质 取基质约 5g,精密称定,至 50mL 的

小烧杯中,加适量的95%乙醇搅拌,滤过,滤液置100mL量瓶中,用适量的95%乙醇分次洗涤容器及滤器,洗液并入量瓶中,用95%乙醇定容至100mL,振摇,即得。

将以上溶液(2.1.1、2.1.2)分别用95%乙醇作空白,在200~400nm波长范围内扫描紫外吸收光谱,结果发现在(289±1)nm波长处樟脑有最大吸收,与中华人民共和国药典2000版(二部)中关于樟脑鉴别项中吸收波长相一致^[1]。而基质有吸收,故选择(289±1)nm处为樟脑的测定波长,用基质作空白以消除干扰。见图1。

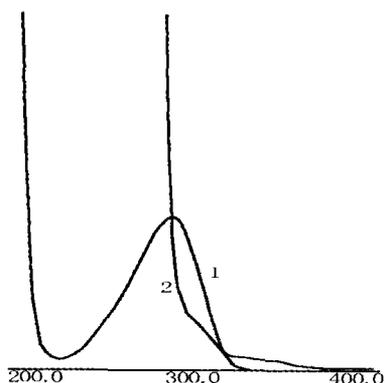


图1 紫外吸收光谱
1-樟脑;2-樟脑霜基质

2.2 标准曲线的绘制 取樟脑约4.0g(干燥器内放置24h)精密称定,用适量的95%乙醇溶解并转移至50mL量瓶中,加95%乙醇至刻度,作为贮备液。精密量取上述贮备液0.4、0.6、0.8、1.0、1.2mL置25mL量瓶中,分别加95%乙醇至刻度,摇匀,用95%乙醇为空白,于(289±1)nm波长处测定吸收度A。以A值对浓度回归,得回归方程 $A = 2.204 \times 10^{-3} C + 2.8 \times 10^{-3}$, $r = 0.9999$ ($n = 5$)。结果表明,樟脑含量在1.28~3.84mg/mL浓度范围内线性关系良好。

2.3 回收率试验

2.3.1 对照品溶液 取樟脑约0.2g(干燥器内放置24h)精密称定,用适量的95%乙醇溶解并转移至100mL量瓶中,加95%乙醇至刻度,摇匀,含量 $C_{对}$ 为2mg/mL,用95%乙醇作空白,在(289±1)nm波长处测定吸收度 $A_{对}$ 。

2.3.2 样品溶液 按处方比例量准确配制一定量的樟脑霜。取樟脑霜约10.0g,精密称定,至100mL的小烧杯中,加适量的95%乙醇搅拌,使样品中的樟脑溶解,滤过,滤液置50mL量瓶中,用适量的95%乙醇分次洗涤容器及滤器,洗液并入量瓶中,加95%乙醇至刻度,振摇,精密量取续滤液4.0、6.0、7.0、8.0、9.0mL至25mL量瓶中,加95%乙醇至刻度,振摇,用同步稀释的基质作空白,测定样品

中樟脑的吸收度 $A_{样}$,用对照法代入方程 $C_{样} = A_{样}/A_{对} \times C_{对}$ 计算回收率,结果见表1。

表1 回收率试验结果

加入量 (mg/mL)	测得量 (mg/mL)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1.28	1.31	102.3		
1.92	1.95	101.5		
2.24	2.26	101.2	101.7	0.4
2.56	2.60	101.7		
2.88	2.92	101.7		

2.4 稳定性试验 精取标准曲线制备项下的樟脑贮备液0.8mL,至25mL量瓶中,加95%乙醇至刻度,摇匀,用95%乙醇作空白,分别于室温下0、4、8、12h在(289±1)nm波长处测定吸收度A,基本无变化,RSD为0.44%。

2.5 样品测定

2.5.1 对照品溶液 取樟脑约0.2g(干燥器内放置24h)精密称定,用适量的95%乙醇溶解并转移至100mL量瓶中,加95%乙醇至刻度,摇匀,含量 $C_{对}$ 为2mg/mL,用95%乙醇作空白,在(289±1)nm波长处测定吸收度 $A_{对}$ 。

2.5.2 样品溶液 取樟脑霜约10.0g,精密称定,至100mL的小烧杯中,加适量的95%乙醇搅拌,使样品中的樟脑溶解,滤过,滤液置50mL量瓶中,用适量的95%乙醇分次洗涤容器及滤器,洗液并入量瓶中,加95%乙醇至刻度,振摇,精密量取续滤液6.0mL至25mL量瓶中,加95%乙醇至刻度,振摇,用同步稀释的基质作空白测定样品中樟脑的吸收度 $A_{样}$,用对照法代入方程 $C_{样} = A_{样}/A_{对} \times C_{对}$,即可计算樟脑的含量,结果见表2。

表2 样品测定结果

批号	樟脑含量(百分标示量%)
030925	98.42
031018	98.35
031102	98.77

3 讨论

本制剂制备方法简单,经实验证明本品性质稳定,适于医院制剂室制备。

由于羟苯乙酯在(289±1)nm附近有较强的吸收,对樟脑含量测定有干扰,因此在制备基质时尼泊金要熔融于油相中,否则在配制样品液时会析出,影响测定;同时在进行含量测定时用对照法,以消除干扰。

参考文献:

[1] 中国药典2000版[S].二部.2000:1008.