

2.10 样品测定 复合维生素注射液按“样品前处理”项下进行处理后,取供试品溶液和标准混合溶液各 20 μ L,按“色谱条件”项下测定。以峰面积外标法定量。测定结果见表 3。

3 讨论

3.1 复合维生素注射液中另含有多种水溶性维生素,为排除水溶性维生素的干扰,我们采用固相萃取法对样品进行预处理,重复性好,回收率高,收集其余部分淋洗液还可用于水溶性维生素的含量测定。

3.2 维生素 A 棕榈酸酯极性小,在乙醇中微溶,在氯仿、乙醚、环己烷或石油醚中易溶,若采用含水的

流动相则色谱柱载样量低,出峰时间长。本文参考文献^[1,2],采用非水 RP - HPLC 同时测定维生素 A 棕榈酸酯、维生素 D₃ 和维生素 E 醋酸酯,大大缩短了分析周期,分离效果也很好。

参考文献:

- [1] 蒋 晔,刘红菊,郝晓花. 4种脂溶性维生素的非水反相 HPLC 测定 [J]. 中国医药工业杂志, 2005, 36(2): 93.
- [2] 郑明慈. 高效液相色谱法同时测定维生素 A、E 和 β -胡萝卜素 [J]. 华夏医学, 1999, 12(2): 124.

收稿日期: 2006 - 06 - 27

采用复合溶媒测定复方硫洗剂的升华硫含量

江日容 (广西医科大学第四附属医院,广西 柳州 545005)

摘要 目的:建立测定复方硫洗剂中升华硫含量的紫外分光光度法。方法:采用复合溶媒稀释测定。即取升华硫 0.1 g,加氢氧化钠 - 稀乙醇 (1 : 10) 溶液 10 mL,于 (80 \pm 2) $^{\circ}$ C 水浴中加热溶解,立即取出、冷却,加水至 100 mL;精密吸取此溶液 5 mL,置 50 mL 量瓶中,加碱 - 甘油 (0.5 mol/L 氢氧化钠 : 甘油 = 1 : 4) 至刻度,摇匀,即得每 1 mL 含硫 100 μ g 的溶液。在 200 ~ 800 nm 的波长处扫描,发现硫溶液在 303 nm 和 370 nm 的波长范围内有明显的吸收。结果:选择 (370 \pm 2) nm 的波长为测定波长。从而得到硫在 60 ~ 120 μ g/mL 浓度范围内线性关系良好 ($r=0.9995$),平均回收率为 101.0% ($n=4$), $RSD=1.04\%$ 。结论:采用复合溶媒稀释测定复方硫洗剂的升华硫含量结果较好,值得推广。

关键词 复方硫洗剂;升华硫;含量测定;复合溶媒;紫外分光光度法

中图分类号: R917 **文献标识码**: A **文章编号**: 1006 - 0111 (2007) 03 - 0164 - 02

复方硫洗剂^[1]是医院常用的一种外用制剂,它具有保护皮肤、抑制皮脂分泌、轻度杀菌与收敛的作用。主要用于干性皮脂溢出症、痤疮等疾病。因硫在该方中为主要成分,故对其含量控制尤为重要。根据硫的特性,它在水或乙醇中均不溶解,但它可与强碱反应,生成易溶于水的金属硫化物和硫代硫酸盐^[2]。反应方程式为: $4S + 6NaOH = Na_2S_2O_3 + 2Na_2S + 3H_2O$ 。生成物溶液为黄色,经扫描发现,在 303 nm 和 370 nm 的波长处有明显的吸收,最大吸收波长为 303 nm (见图 1)。

但是,在 303 nm 的波长处测定稳定性较差,且溶媒在此处有比较明显的吸收;而在 370 nm 的波长处测定稳定性较好,溶媒吸收也很少。因此,选择 370 nm 的波长为测定波长。从而建立复方硫洗剂中升华硫含量测定的紫外分光光度法。

1 仪器与试剂

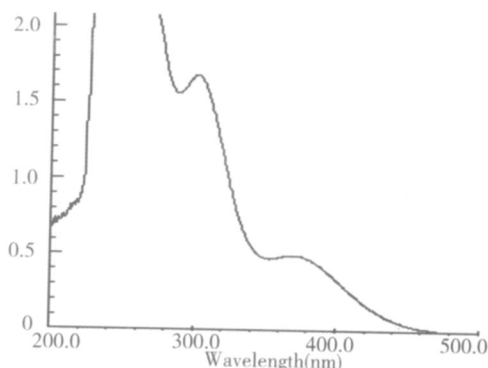


图 1 金属硫化物与硫代硫酸盐溶液的紫外光谱图

紫外分光光度计 (日本岛津 2401 - PC), 电热恒温水浴锅 (北京市医疗设备厂), 电子天平 (赛多利斯), 升华硫 (南昌白云医药化工有限公司分装, 批号 20030328), 氢氧化钠 AR (汕头市光华化学厂,

批号 20030507),无水乙醇 AR (广东汕头新宁化工厂,批号 20001228),甘油 AR (广东新宁化工厂,批号 20040728),硫酸锌 (广州化学试剂厂,批号 20040604),樟脑 (苏州合成化工有限公司,批号 020904)等。复方硫洗剂 (处方:硫酸锌 30 g,升华硫 30 g,樟脑酯 250 mL,甘油 100 mL,甲基纤维素 5 g,纯化水加至 1 000 mL。本院制剂室配制)。

2 方法与结果

2.1 标准溶液的配制 精密称取经五氧化二磷干燥器中干燥 4 h 的升华硫 0.1 g,置锥形瓶中,加氢氧化钠 - 稀乙醇 (1 : 10)溶液 10 mL,于 80 °C 水浴中加热溶解,立即取出、冷却后转入 100 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀;精密量取稀释液 5 mL,置 50 mL 量瓶中,加碱 - 甘油 (0.5 mol/L NaOH : 甘油 = 1 : 4)稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2 标准曲线的绘制 用上法将硫制成每 1 mL 含硫 60、80、90、100、120 μg 的溶液,以溶媒 (取氢氧化钠

2.4 升华硫的回收率试验 (结果见表 1)

表 1 升华硫的回收率试验 ($n=4$)

序号	加硫量 (μg)	吸收度 (A)				测得值 (μg)	相当标示量 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
		均值	0.365	0.366	0.364				
1	60.00	0.365	0.366	0.364	0.368	0.366	60.27	100.45	
2	90.00	0.578	0.573	0.576	0.574	0.575	91.46	101.62	
3	100.00	0.634	0.628	0.633	0.630	0.631	99.82	99.82	101.0
4	120.00	0.787	0.783	0.780	0.781	0.783	122.51	102.09	

2.5 稳定性考察 (结果见表 2)

表 2 两种溶媒稀释测定复方硫洗剂中硫的含量的稳定性试验 ($n=3$)

时 间 (min)	吸收度 (A)	
	复合溶媒	水
0	0.540, 0.512, 0.567	0.544, 0.534, 0.551
5	0.541, 0.514, 0.570	0.523, 0.512, 0.530
10	0.544, 0.510, 0.569	0.500, 0.491, 0.508
20	0.546, 0.512, 0.565	0.459, 0.443, 0.462
30	0.547, 0.509, 0.563	0.433, 0.417, 0.435
40	0.538, 0.507, 0.559	0.392, 0.372, 0.393
60	0.528, 0.491, 0.535	- - -

3 讨论

3.1 处方中的硫酸锌和樟脑对升华硫的测定干扰很大。因为硫酸锌不但能与氢氧化钠发生反应,生成氢氧化锌白色沉淀;而且还能与硫化物发生反应,生成硫化锌白色沉淀,从而使硫的含量降低。而樟

脑在 230 ~ 350 nm 的波长范围内有吸收,可导致测定结果偏高。如果两者均存在,则使测量结果偏低。

- 稀乙醇溶液 10 mL,置 100 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀;精密量取该液 5 mL,置 50 mL 量瓶中,加碱 - 甘油至刻度,摇匀。)为空白,于 (370 \pm 2) nm 的波长处测定,吸收度分别为 0.357、0.502、0.561、0.627、0.759,经回归分析,得回归方程为: $Y = 0.0067X - 0.0378$, $r = 0.9995$ 。然后对回归方程进行显著性检验,结果 $P < 0.01$,说明回归方程有统计学意义。

2.3 样品中硫的含量测定 精密量取本品 5 mL,过滤、洗涤 (先用水反复洗涤沉淀至无锌盐的反应,再用乙醇反复洗涤至无樟脑的反应),将硫酸锌、樟脑和甘油除去,再加氢氧化钠 - 稀乙醇 (1 : 10)溶液 10 mL 于 80 °C 水浴中加热溶解,立即取出冷却,加水至刻度,摇匀;精密量取稀释液 3 mL,置 50 mL 量瓶中,加碱 - 甘油至刻度,摇匀,于 370 nm 的波长处测定,以溶媒 (精密量取不含硫的溶液 5 mL,过滤、洗涤、加氢氧化钠 - 稀乙醇溶液、加热、稀释等操作方法同上)为空白,照分光光度法测定,将测量结果代入回归方程计算,即得。

3.2 硫化物的水解与温度、浓度、时间等均有很大的关系。温度升高,硫化物水解加速;温度降低,则硫与氢氧化钠的反应速度减慢,致使生成的硫化物水解;浓度越低,越易水解。

3.3 配制碱 - 甘油应选用分析纯度较高的甘油和氢氧化钠,配制时应轻轻搅拌,不要强力振摇,以免产生大量的气泡影响测定结果。

3.4 操作中使用的量器应干燥,以免带入水分使硫化物水解。稀释时应先加水制成浓溶液,再用碱 - 甘油稀释测定,这样效果较好,值得推广。

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 [S]. 第 2 版,北京:中国医药科技出版社,1995,5:102.
- [2] 许瑞庭. 实用药物分析化学 [M]. 杭州:浙江科学技术出版社,1992:115.