

5.用紫外分光光度法测得吡喃西林的回收率在 $375 \pm 1\text{nm}$ 波长处的微量吸收相加的结果。收率稍高一些,可能是由于尼泊尔金和麻黄碱

褶合光谱法测定复方雷琐辛醇溶液中三组分的含量

金文祥 杨军岭 金翠英* 朱臻宇

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 本文用褶合光谱法不经分离同时测定雷琐辛、苯酚、水杨酸的含量取得了较满意的结果。平均回收率(ER)和相对平均偏差(RSD)分别为 100.41%、100.22%、100.15%、1.04%、1.75%、1.50%。

关键词 褶合光谱法;雷琐辛;苯酚;水杨酸

Simultaneous determination of three components in compound resorcin alcoholic solution by convolution spectrometry

Jin Wenxiang, Yang Junlin, Jin Cuiying, Zhu Zhengyu

(College of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433)

ABSTRACT convolution spectrometry is employed to simultaneously determine resorcin, phenol, salicylic acid without any pre-separation, satisfactory results are obtained. The average recovery and relative standard deviation are 100.41%, 100.22%, 100.15%, 1.04%, 1.75%, 1.50% respectively.

KEY WORDS Convolution spectrometry, resorcin, phenol, salicylic acid

复方雷琐辛醇溶液是治疗干性皮脂溢出及皮脂溢出性皮炎的药物,其中主要成分雷琐辛,苯酚,它们的吸收光谱十分相似,相互重叠,用分光光度法分别测定其含量十分困难,我们采用褶合光谱法在不经分离的条件下,同时测雷琐辛、苯酚、水杨酸的含量,结果满意。

一、原理^[1,2]

本法的基本原理是将数学变换与数值计算有机结合起来即采用褶合变换技术,将物质对光吸收特性的变化,以数学分量(Q_0 — Q_5)的形式分离提取出来,构成一种由成百上千条褶合曲线组合起来的新的独立光谱体系—褶合光谱群。褶合光谱上的每一个值,都

与一段波长区间内物质的吸光特性相对应,它们从数学分量的角度反映物质对光的吸收特性。褶合光谱的定量关系式为: $Q_j = Q_j^{1\%} 1\text{cm} \times C \times L$, 式中 $j = 1-5$, $Q_j^{1\%} 1\text{cm}$ 为浓度为 1% 时的 Q_j 值,通过褶合变换,将吸光度与浓度之间的定量关系转换各组分的数学相关性,成为褶合光谱法混合物定量分析的基础,再结合应用当前最优秀的数值计算法—PLS 法进行分析,可以获得满意结果。

二、仪器与试剂

UV/VIS—WCI 褶合光谱仪(第二军医大学研制);雷琐辛、苯酚、水杨酸、无水乙醇均为 AR 纯,复方雷琐辛醇溶液(由解放军 85 医院提供)。

三、方法与结果

(一)线性考察^[3]

* 解放军第 85 医院药剂科

分别精密称取雷琐辛、苯酚、水杨酸,用无水乙醇稀成一定梯度浓度,用无水乙醇作空白,测得雷琐辛浓度在 15 ~ 35 $\mu\text{g/ml}$,苯酚浓度在 5 ~ 50 $\mu\text{g/ml}$,水杨酸浓度在 0.2 ~ 0.8 $\mu\text{g/ml}$,线性方程为:

$$C = 0.0164A - 0.0072 \quad r = 0.9999$$

$$C = 56.92A + 0.083 \quad r = 0.9999$$

$$C = 18.7906A - 2.87475 \quad r = 0.9998$$

(二)回收率试验

1. 对照液的配制 精密称取雷琐辛、苯酚、水杨酸适量,用无水乙醇分别溶解稀释成 25 $\mu\text{g/ml}$, 20 $\mu\text{g/ml}$, $\mu\text{g/ml}$ 浓度的溶液待测。

2. 校正样品液的配制 按正交函数设计要求配制雷琐辛、苯酚、水杨酸 9 个三者混合配比标示量为 120%, 100%, 80% 的混合校正样品液,稀释定容成适当浓度待测。

3. 模拟样品液配制 按处方量的 $\pm 10\%$ 范围配制 5 个模拟样品,用无水乙醇稀释定容成适当浓度待测。

(三)操作与结果

均以无水乙醇为空白取对照液,校正样品液和模拟样品液分别于褶合光谱仪进行吸收光谱扫描,波长范围 200 ~ 340nm,间隔 1nm,同时选择最佳褶合光谱曲线波长 260 ~ 340nm,间隔 2nm,对其所有的吸收图谱进行褶合光谱分析,处理其结果:吸收图谱见图 1,褶合光谱图见图 2, 3, 4,回收率和 RSD 见表 1。

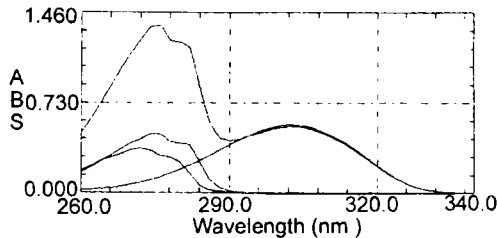


图 1 复方雷琐辛醇液吸收光谱

1、苯酚;2、雷琐辛;3、水杨酸;4、混合物

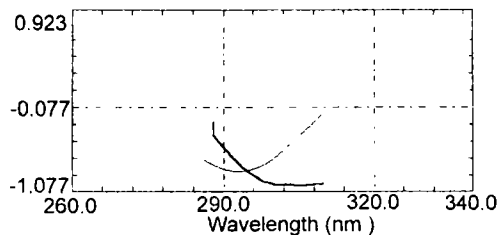


图 2 雷琐辛最佳褶合光谱

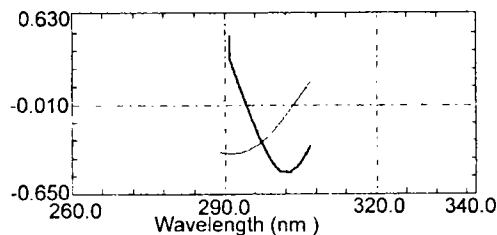


图 3 苯酚最佳褶合光谱

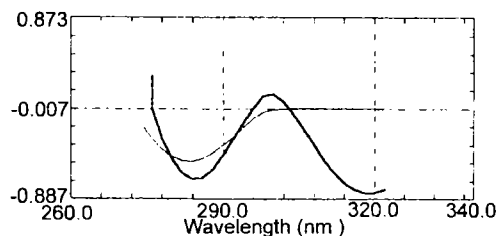


图 4 水杨酸最佳褶合光谱

表 1 雷琐辛,苯酚和水杨酸回收率与 RSD

| 样品 | 雷琐辛 | | | 苯酚 | | | 水杨酸 | | |
|---------|--------------------------|--------------------------|---------|--------------------------|--------------------------|---------|--------------------------|--------------------------|---------|
| | 加入量 ($\mu\text{g/ml}$) | 测得量 ($\mu\text{g/ml}$) | 回收率 (%) | 加入量 ($\mu\text{g/ml}$) | 测得量 ($\mu\text{g/ml}$) | 回收率 (%) | 加入量 ($\mu\text{g/ml}$) | 测得量 ($\mu\text{g/ml}$) | 回收率 (%) |
| 1 | 54.00 | 54.26 | 100.48 | 8.10 | 7.90 | 97.52 | 18.00 | 18.21 | 101.21 |
| 2 | 57.00 | 57.94 | 101.64 | 8.45 | 8.62 | 102.03 | 19.00 | 19.18 | 100.96 |
| 3 | 60.00 | 58.40 | 99.00 | 9.00 | 8.99 | 99.95 | 20.00 | 19.51 | 97.59 |
| 4 | 63.00 | 62.89 | 99.82 | 9.45 | 9.59 | 101.48 | 21.00 | 20.99 | 99.97 |
| 5 | 66.00 | 66.74 | 101.12 | 9.90 | 9.91 | 100.10 | 22.00 | 22.22 | 101.01 |
| ER (%) | | | 100.41 | | | 100.72 | | | 100.15 |
| RSD (%) | | | 1.04 | | | 1.75 | | | 1.50 |

(四)样品的测定

分别取样品 5 批,测试方法同模拟样品,

在褶合光谱仪上于波长 200 ~ 340nm, 间隔 1nm, 进行吸收光谱扫描并按上述条件进行处理, 其结果见表 2。

| 编号 | 雷琐辛 | 苯酚 | 水杨酸 |
|----|--------|--------|--------|
| 1 | 100.48 | 97.52 | 101.21 |
| 2 | 101.64 | 102.03 | 100.96 |
| 3 | 99.00 | 99.95 | 96.59 |
| 4 | 99.82 | 101.48 | 99.97 |
| 5 | 101.12 | 100.10 | 101.01 |

(五)稳定性试验

运用常规方法考察, 上述对照液在 $A_{\lambda_{max}}$ 4h 内基本无变化

四、讨论

1. 褶合光谱法给光谱分析提供了较多有利于测定结果的选择条件, 提高了测试结果的准确度和精确度。本文吸收光谱的扫描波长是 200 ~ 340nm, 间隔 1nm, 三者在 200 ~ 240nm 都是高吸收峰, 我们截取 260 ~ 340nm,

(上接第 145 页) 化的原因, 可能就是无机离子与药物发生了反应的结果。陈旧的蒸馏水中往往也含有 NH_3 与 CO_2 、微生物, 也不宜做溶媒。在配制中要注意加药的顺序, 如配制庆大霉素、氢化可的松雾化液时, 应先将一种药物稀释在所需的 2/3 水量中, 再加入另一种药物, 最后加水至全量。如果先把庆大霉素与氢化可的松(稀醇溶液)加在一起, 就会产生沉淀。因此, 要配制合格的超声波雾化液, 不仅要选用洁净的蒸馏水或纯水, 而且还要了解药物的理化性质, 按照一定的先后顺序进行配制。

三、治疗时间与取液量

超声波雾化吸入治疗的时间一般都在 15 ~ 20min, 但取液量有多有少, 差异太大, 最长达 60ml, 最小只有 20ml。对此, 我们用超声波雾化器(鞍山市无线电一厂生产, JWC-2 型)在加入 60ml 溶液与雾化剂量开到 9 的情况下, 进行了雾化时间与雾化量关系的测试(见图 1)

间隔 2nm 进行褶合处理获得了较佳结果。

2. 经典法只能测总酚量, 而褶合光谱法不经分离同时测定了 3 组分的含量, 操作非常简便, 快速, 自动化程度高。

3. 从吸收光谱图可知, 水杨酸的紫外吸收无干扰, 可直接用分光光度法测定, 用分光光度法测得样品 1, 2, 3, 4, 5 的结果为 96.77%, 101.19%, 99.49%, 98.60%, 与褶合光谱法所得结果相比较, 无显著差异。

4. 雷琐辛、苯酚均易氧化, 操作时应避光, 避免接触金属离子。尤其是 Fe^{3+} 。

参考文献

[1] 吴玉田, 方慧生, 王志华等. UV/VIS-W 褶合光谱仪研究. 光学仪器杂志, 1995; 2(17): 21

[2] 金文祥, 吴玉田. 褶合曲线分析法同时测定哮喘气雾剂中三组分的含量. 药学情报通讯, 1994; 3(12): 49

[3] 魏景安. 水杨酸吸收系数的测定及其应用. 中国医院药学杂志, 1986; 6(8): 16

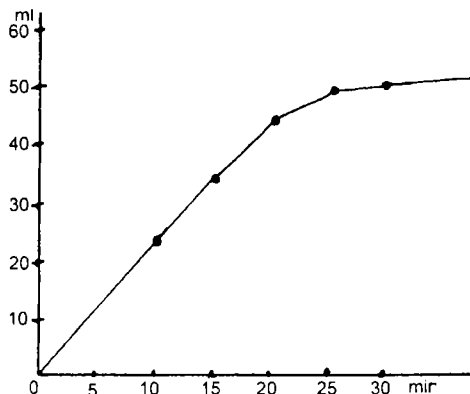


图 1 超声雾化时间与雾化量的关系

从测试结果看, 在加液量固定时, 随着雾化的进行, 溶液的体积减少, 其雾化量也随之减少。当溶液少于 8ml 时, 基本上不被雾化。根据测试结果, 目前临床上取液量 20ml 与 60ml 都是不合理的, 取量太少, 达不到所需要的治疗时间, 取量太多, 既达不到所需药物总量, 又浪费了药物。因此, 建议在治疗时, 既要考虑给药总量, 又要考虑不能被雾化的剩余量。在治疗时间为 15min 时, 取液量 45ml; 20min 时, 取液量 55ml 为宜。