

## 褶合光谱法测定复方氯霉素醇溶液的含量

徐 辉<sup>1</sup>, 周丽芳<sup>1</sup>, 金文祥<sup>2</sup>(1. 中国人民解放军第 95 医院, 福建 莆田 351100; 2. 第二军医大学药学院, 上海 200433)

**摘要** 目的: 建立快速简便测定复方氯霉素醇溶液中两种成分的方法。方法: 采用褶合光谱法, 在不经分离的条件下, 同时测定氯霉素、水杨酸的含量。结果: 平均回收率 (*ER*) 和相对平均偏差 (*RSD*) 分别为: 100.43%、0.47% 和 99.82%、0.93%。结论: 本法操作简便、快速, 适合医院制剂的分析。

**关键词** 褶合光谱法; 氯霉素; 水杨酸

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006-0111(2003)03-0166-02

复方氯霉素醇溶液又称氯柳酊, 是我院标准制剂, 为氯霉素和水杨酸的醇溶液, 用于治疗痤疮, 疗效满意。该制剂应用多年, 含量测定方法一直采用旋光法测定氯霉素, 酸碱中和滴定测定水杨酸, 操作繁琐。本文用褶合光谱分析法测定氯柳酊中氯霉素和水杨酸的含量, 获得满意的结果。本法操作简便、快速, 适用于医院制剂分析。

### 1 原理<sup>[1,2]</sup>

本法采用褶合变换技术, 将物质对光吸收特性的变化, 以数学分量 ( $Q \sim Q_5$ ) 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:  $Q_j = Q_{j1} \% 1 \text{ cm} \cdot C \cdot l$ , 式中  $j=1 \sim 5$ ,  $Q_{j1} \% 1 \text{ cm}$  是浓度为 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为各数学分量与浓度之间的定量关系, 构成混合物定量分析的基础。本法在定量分析 A、B 双组分混合体系中某一组分, 如组分 A 时, 利用特定组分 B 的褶合光谱有固定的过零点这一特性, 仪器自动定位组分 B 褶合光谱的交零点, 并测定 A 在该点的贡献, 计算出相应的浓度  $C_A$ , 同理可以计算出  $C_B$ 。这些可能的测试点很多, 可以从中选择最佳的测试结果。

### 2 仪器、药品和试剂

UV/Vis-WC1 型褶合光谱仪 (上海玉田分析仪器公司); TG328B 电光分析天平 (上海分析仪器厂); 氯霉素、水杨酸和乙醇 (中国药典规格)。

### 3 方法与结果

#### 3.1 对照品溶液配制

精密称取氯霉素 10mg, 水杨酸 10mg, 分别置 25mL 量瓶中, 用 75% 乙醇溶解并稀释至刻度, 得对照品储备液。各取 1mL 稀释至氯霉素  $16 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 水杨酸  $16 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

#### 3.2 吸收光谱曲线的绘制

以 75% 乙醇为空白, 于波长 200 ~ 340nm, 间隔 1nm, 扫描, 得吸收光谱图, 见图 1。

#### 3.3 回收率试验

**3.3.1 标准液配制** 取氯霉素和水杨酸对照品储备液适量, 按处方量配制 5 份不同浓度的模拟样品, 其浓度范围控制在处方比例的  $\pm 20\%$ , 使吸收度值大部分落在 0.2 ~ 0.8 之间, 最大吸收小于 1.25。

**3.3.2 回收率测定** 以上各溶液以 75% 乙醇为空白, 经褶合光谱仪扫描, 截取 220 ~ 330nm 波长范围, 间隔 1nm, 由褶合光谱仪双组分定量分析系统自动地以测试点  $N=2 \sim 30$  为区间, 选择最佳分析条件, 产生褶合光谱, 计算回收率。测定结果: 平均回收率和 *RSD* 分别为氯霉素 100.43%、0.47%, 水杨酸 99.82%、0.93%, 褶合光谱见图 2、3。

### 4 样品测定

准确量取氯柳酊 (本院制剂室配) 1mL, 用 75% 乙醇稀释 25mL, 再取 1mL 稀释至 50mL, 使得浓度在  $16 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 按同样操作, 以回收率项下选择的最佳条件, 计算待测样品中各组分的含量 (占标示量%)。共检测 3 批制剂, 结果满意。回收率和样品测定结果见表 1、2。

表 1 回收率试验结果 (n=5)

编号	加入量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	氯霉素测得量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	回收率 (%)	加入量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	甲硝唑测得量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	回收率 (%)
1	12.928 0	12.943 5	100.12	13.056 0	13.246 5	101.46
2	14.544 0	14.705 3	101.11	14.688 0	14.607 8	99.45
3	16.160	16.153 2	99.96	16.320	16.188 1	99.19
4	17.776 0	17.894 8	100.72	17.952 0	17.884 5	99.62
5	19.392 0	19.440 6	100.25	19.584 0	19.456 9	99.35
ER (%)			100.43	99.82		
RSD (%)			0.47	0.93		

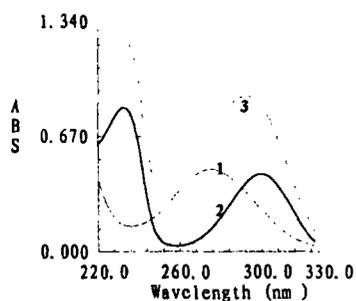


图 1 吸收光谱  
1. 氯霉素 2. 水杨酸 3. 混合物

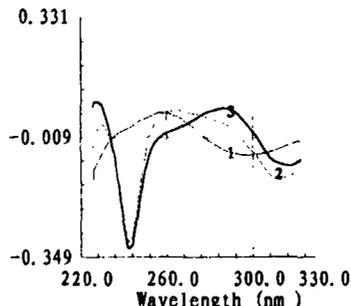


图 2 氯霉素褶合光谱  
1. 氯霉素 2. 混合 3. 干扰

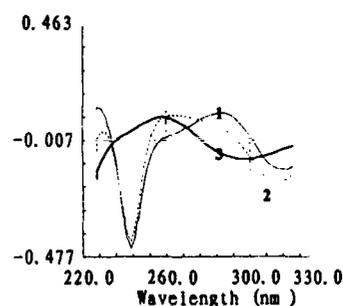


图 3 水杨酸褶合光谱  
1. 水杨酸 2. 混合物 3. 干扰

表 2 样品测定结果 (标示量%; n=3)

编号	氯霉素	水杨酸
1	99.96	99.19
2	100.17	98.09
3	98.92	100.05

5 讨论

为了获得最佳的测定结果,可通过人机对话进行吸收曲线波长范围的截取和波长间隔的选择,然后由褶合光谱仪自动完成褶合变换、最佳条件选择及结果计算。本文经试验截取的吸收曲线波长段是

220~330nm,间隔 2nm。

测定液在 2h 内吸收度几乎不变,因此在 2h 内做完实验确保结果可靠。

参考文献:

- [1] 吴玉田,方慧生,王志华,等. UV/Vis-W 褶合光谱研究[J]. 光学仪器,1995,17(2):21.
- [2] 金文祥. 褶合光谱法测定复方萘替芬甲液中主要药物含量[J]. 第二军医大学学报,2000,21(10):943.

收稿日期:2003-02-07

薄层扫描法测定止咳清肺口服液紫菀酮的含量

张旭,佟志清,姜铁夫,汪宇,李长见(中国人民解放军第463医院药剂科,辽宁沈阳110042)

摘要 目的:制定止咳清肺口服液中紫菀酮的含量测定方法。方法:采用薄层扫描法进行测定。结果:紫菀酮点样量在 0.87~4.95 $\mu\text{g}$  之间线性关系良好,相关系数  $r=0.9991$ 。回收率为 99.4%, $RSD=1.2\%$ 。结论:本法灵敏、简便、准确,可用于本制剂的测定和质量控制。

关键词 止咳清肺口服液;紫菀酮;薄层扫描法

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)03-0167-03

TLC scanning for determination of asterisprogesterone in Zhikeqingfei oral liquid

作者简介:张旭,(1975~),男,药师,理学学士.