

· 药物分析和鉴定 ·

一阶导数光谱法测定复方酮康唑霜剂中酮康唑含量的研究

上海市新华医院药剂科
第二军医大学药学院
上海市纺织工业局第二医院

王 晶
柳正良
李琴芳

复方酮康唑霜剂是一种高效、低毒、广谱局部抗真菌、皮肤癣病、湿疹等的外用制剂。其中主成分的测定，酮康唑原料药美国药典21版采用非水滴定法⁽¹⁾，国内采用紫外分光光度法⁽²⁾，片剂采用高效液相色谱法⁽³⁾。本文首次探讨了采用一阶导数光谱法测定复方酮康唑中酮康唑的含量，进行了回收率试验，考察了时间对稳定性的影响。实验结果表明本法设备简单，预处理方便，回收率好、结果准确，是一种适合医院快速分析好方法。

一、仪器和药品

日本岛津UV-3000分光光度计

复方酮康唑霜(二军大药学院)；酮康唑标准品(进口)。

二、测定条件选择与一阶导数光谱的描述

扫描速度⁽⁴⁾ 50nm/min；吸收度上限+0.2500；吸收度下限-0.2500；波长间隔 $\Delta\lambda = 3.2\text{nm}$ ；扫描区域240nm~320nm；纸速20nm/cm；狭缝宽度2nm。

三、标准曲线和回归方程

精密称取80℃真空干燥至恒重的酮康唑标准品0.1g置100ml量瓶中，用0.1N盐酸溶解，并稀释至刻度。精密量取2.0、3.0、4.0、5.0、6.0ml分别置25ml量瓶中，加0.1N盐酸稀释至刻度，即得80、120、160、200、240 $\mu\text{g/ml}$ 系列标准溶液。取以上各标准液适量，以0.1N盐酸为空白，在波长240nm~

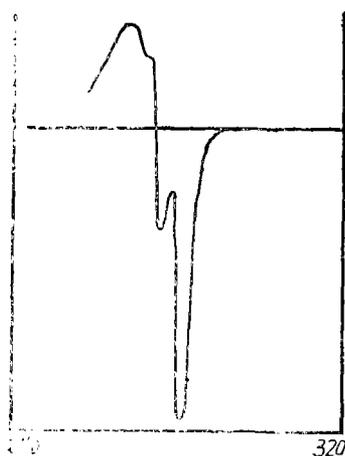


图1 酮康唑一阶导数光谱

320nm分别绘制一阶导数光谱图。用游标尺量取280nm处酮康唑各浓度的D280。

表1 不同稀释浓度测得的吸收值

编号	吸取ml数	浓度($\mu\text{g/ml}$)	D
1	2.0	80	3.864
2	3.0	120	5.776
3	4.0	160	7.678
4	5.0	200	9.536
5	6.0	240	11.260

四、回收率测定

按处方量加入酮康唑等药于空白基质中，模拟样品测定方法进行提取，分离、扫描测定、绘制一阶导数光谱并计算其回收率，结果见表2。

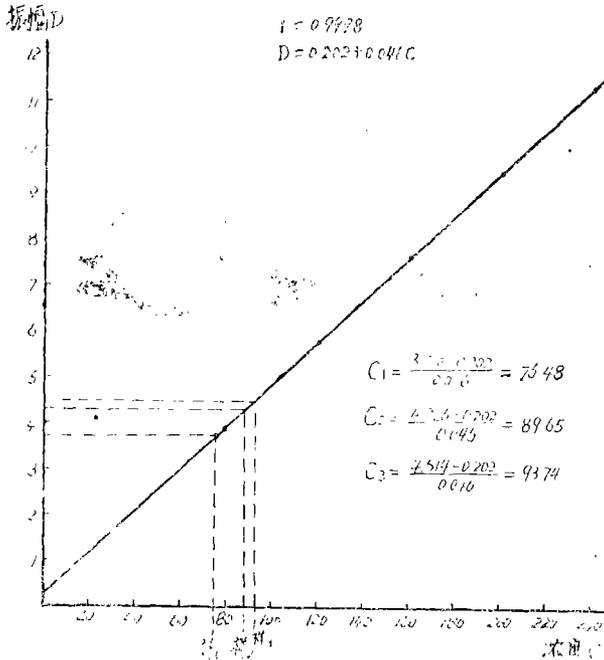
C (最终稀释浓度) λ 280nm

图2 酮康唑标准曲线图

回归方程: $y = 0.202 + 0.046x$ $r = 0.9998$

表2 回收率试验结果

编号	加入量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测得量* ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率* (%)
1	80	79.61	99.51
2	120	121.17	100.98
3	160	162.52	101.58
4	200	202.91	101.46
5	240	240.39	100.16
$\bar{X}(\%) = 100.74$			$CV(\%) = 0.88$

*: 均为三次测定结果的平均值

五、样品测定

精密称取本品1g置10ml小烧杯中,加二氯甲烷-乙醚液(3:2)15ml分次溶解,并定量转移至分液漏斗中,加蒸馏水20ml振荡约10分钟,放置分层后,弃去水层。用二氯甲烷-乙醚液共提取三次,合并二氯甲烷-乙醚提取液。用30、20、20ml 0.1N盐酸

提取三次,合并0.1N盐酸提取液,置100ml量瓶中,0.1N盐酸加至刻度。在波长240nm~320nm绘制一阶导数光谱,量取280nm处振幅计算,结果见表3。

表3 样品测定结果(各2份)

批号	平均含量(%)	CV(%)
861028	99.95	0.10
861210	100.11	0.56
870108	99.41	0.12

六、稳定性试验

取回收率测定用溶液(120 $\mu\text{g}/\text{ml}$),放置1.5小时,绘制导数图谱,量取振幅,结果表明振幅基本无变化。

七、讨论

1. 一阶导数光谱法,可消除线性干扰。具有操作简便迅速,结果准确可靠、取

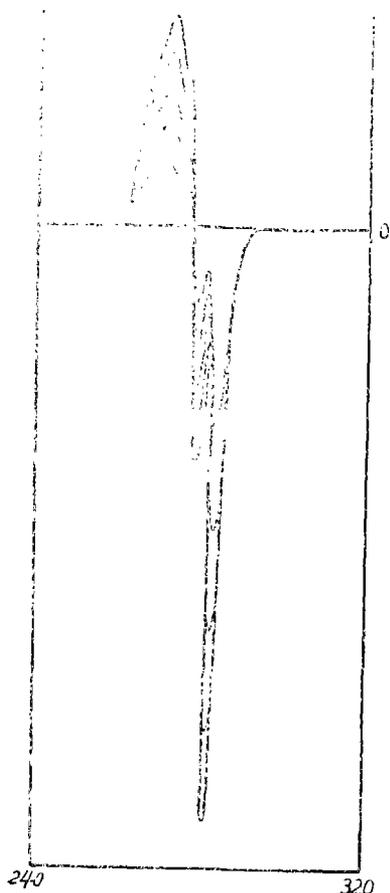


图3 酮康唑系列标准溶液一阶导数图谱

样少重现性好等特点。符合制剂含量测定要求。适用于医院快速分析。

2. 实验结果表明, 酮康唑介于 $80\mu\text{g}\sim 120\mu\text{g}$ 之间, 其含量和振幅成线性关系, 符合朗伯比耳定律, 能获得较好回收率。吸收值稳定, 放置时间对其无明显影响。

3. 本处方中含有大量基质, 直接测定对结果有一定影响, 本法经过简单预处理, 可获得满意结果。

4. 样品提取过程中, 加适量水是为了去掉水溶性杂质, 但加水不宜过多, 否则易发生乳化, 给分离带来困难。

参 考 文 献

1. 美国药典 (21版): 1985: 651
2. 戴富宝等: 药物分析杂志, 1990; 10 (4): 232
3. 柴田正三、古川正道: 分析化学 (日) 1974; 23: 1545
4. 厦门大学分析化学教研室: 分析化学, 1978, (6): 244

萃取一分光光度法测定新洁尔灭的含量

兰州军区军事医学研究所 赵兴红 罗明柱

新洁尔灭亦名苯扎溴铵, 是一种季铵型阳离子表面活性剂杀菌药物, 广泛用于手、皮肤、粘膜、器械等的消毒, 并可长期保持, 效力不减, 我国药典1985年版采用萃取一容量法测定其含量, 操作繁琐且终点不易判明。国外有人研究了奎宁/染料萃取分光光度法测定氯苄乙氧铵及氯苄烷铵的含量⁽¹⁾, 本文参考此法测定了新洁尔灭的含量, 并用正交试验法对实验条件进行了优

选, 结果比较满意。

实验部分

一、仪器与试剂

Pye Unicam SP 8—100双光束紫外分光光度计 (英国) 25型酸度计 (上海), Lx 3—64—01离心机 (天津)。

新洁尔灭标准溶液: 溶解 0.5766g 新洁尔灭 (药用纯品) 于 250ml 水中, 浓度为 $6\times 10^{-3}\text{mol/L}$ 。