

项中样品的处理,结果见表6。

表6 氯霉素回收率数据(n=3)

氯霉素加入量(mg)	氯霉素回收量(mg)	回收率(%)	相对标准差(%)
10.3	9.8	95.1	0.6
20.5	20.7	101.0	0.6

七、阴性对照实验

(一)肤轻松 依处方比例分别取霜剂中除肤轻松外的各组分及辅料适量,加甲醇溶解,制成与样品溶液浓度相对应的阴性对照液,在相同色谱条件下进样,结果表明对肤轻松的测定全无干扰。

(二)氯霉素 依处方比例分别取霜剂中除氯霉素以外的各组分及辅料适量,以下处理同肤轻松,结果表明对氯霉素测定全无干

扰。

讨论

1. 本文研究了疹痒宁霜中的肤轻松和氯霉素浓度的HPLC法测定含量,方法灵敏、稳定、快速而准确,可作为疹痒宁霜的质控方法。

2. 由于处方中肤轻松含量低(0.1%),而氯霉素含量较高(15%),相差悬殊,故以HPLC法分别测定之。

3. 本法采用国产ODS色谱柱,价廉,同样获得了满意的分析结果。

致谢 本研究得到孙毓庆教授指导,特表谢意。

参 考 文 献

1. 郭涛等·药学情报通讯. 1991,9(1):45

胃萎康冲剂中总黄酮的含量测定

海军青岛疗养院(青岛 266071) 孙迎亮 王虹霞 朱蔚蔚

胃萎康冲剂系我院临床用于治疗慢性萎缩性胃炎多年,收到较满意的疗效。本方由20多味中药材配伍而成,其中半数以上含有黄酮类成份。本法通过甲醇以索氏提取器回流提取,样品液经无水乙醇进一步纯化,用比色法测定总黄酮的含量。

一、仪器、药品及试剂

751 G型分光光度计。标准品:芦丁(中国药品生物制品检定所)。样品:胃萎康冲剂(海军青岛疗养院)。亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠、无水乙醇等均为分析纯。

二、总黄酮的测定^[1]

1. 标准曲线绘制

精密称取105℃干燥至恒重的芦丁标准品67.5 mg,置50 ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度摇匀。精取10 ml于50 ml量瓶

中,用蒸馏水稀释至刻度摇匀。精密吸取以上标准液0.0 ml,0.5 ml,1.0 ml,2.0 ml,3.0 ml,4.0 ml,5.0 ml,6.0 ml分别置25 ml量瓶中各加水至6 ml,加5%亚硝酸钠溶液1 ml摇匀,放置6 min,加10%硝酸铝液1 ml,摇匀,放置6 min,加氢氧化钠试液10 ml加蒸馏水至刻度,摇匀,放置15 min,以第一管为空白,在500 nm波长处测定吸收度,以吸收度A对浓度C进行线性回归处理,线性回归方程为: $Y = 0.7293 + 93.0334x$, $r = 0.999$ (n=7)

2. 样品液的制备

取本品研细,过40目及60目筛,取通过40目而不能通过60目筛的部分,于105℃干燥至恒重,精密称取约5 g加硅藻土0.5 g,混匀,放于100目筛网中,置索氏提取器中,

用甲醇水浴提取至无色为止(约70min),将提取液转移至50ml量瓶中放冷,若有沉淀可刮取捣碎,以少量甲醇洗涤,合并洗液至量瓶中,最后用甲醇稀释至刻度混匀,放置过夜。取上清液5ml于25ml量瓶中,加无水乙醇至刻度摇匀,放置4h,离心沉淀,上清液备用。

3. 样品测定

精取样品液5ml2份,分别置于25ml量瓶中,一份用蒸馏水稀释至刻度做对照液,另一份按标准曲线项下的操作,测定吸收度,样

品液加显色剂后的吸收度与对照液吸收度的差值,代入标准曲线方程式,计算样品总黄酮的含量。

4. 加样回收率

精取样品液5ml,分别加入标准液0.0ml,0.5ml,1.0ml,1.5ml,2.0ml,2.5ml,按标准曲线项下方法操作,测定吸收度。同时测定样品对照液吸收度,分别计算样品对照液及样品加标准品测得量,并以此求出回收率(见表)

回收率测定结果

样品液含量 (μg)	加入标准液含量 (μg)	测得总含量 (μg)	回收量 (μg)	回收率 (%)
43.62	5.4	49.1067	5.4867	101.604
43.62	10.8	54.5026	10.8826	100.76
43.62	16.2	60.2707	16.6507	102.78
43.62	21.6	64.9223	21.3023	98.62
43.62	27.0	70.5044	26.8844	99.57
平均回收率	100.67%(CV=1.63%)			

参 考 文 献

[1] 沙世炎,《中草药有效成份分析法》,(上册)人民卫生出版社,1985.232

紫外光谱法测定碘化钾及其制剂的含量

解放军150中心医院(河南洛阳 471031) 牛桂田 许新冬 赵力健

碘化钾溶液是临床常用的治疗药品。其含量测定方法《中国人民解放军药品制剂规范》1985版采用银量法,测定结果误差大,终点不易掌握。我们经试验,用紫外分光光度法测定其含量获得成功。测定方法简便,结果准确,回收率好,介绍如下:

一、仪器与试剂

751 G 可见紫外分光光度计(上海分析器厂);碘化钾(分析纯、郑州市化学试剂三厂

批号910125);硫代硫酸钠(分析纯,天津市人民化工厂批号690925)

二、实验方法与结果

1. 测定波长的选择 称取碘化钾10g,硫代硫酸钠0.02g,以蒸馏水溶解并稀释至100ml,取上述溶液适量,以蒸馏水稀释至含碘化钾约5—7 $\mu\text{g}/\text{ml}$,用1cm厚石英比色杯,以蒸馏水作空白,在200—300nm波长范围,测定其吸收光谱, λ_{max} 为225 \pm 1nm。