

2.4 回收率实验

配制不同浓度的氟哌酸模拟溶液, 在  $277 \pm 1 \text{ nm}$  波长处测吸收度, 按标准曲线回归方程计算浓度, 得其回收率, 结果见表1。

2.5 样品测定

按上述含量测定方法, 测定样品, 结果见表2。

表2 氟哌酸泡腾栓的含量测定结果

批号	标示量含量(%)
930525	98.32
930629	96.36
930706	96.38

3. 讨论

3.1 本测定方法是用  $0.1 \text{ mol/L}$  盐酸把

氟哌酸从泡腾栓中溶解出来, 为保证溶解完全, 需加热溶解  $10'$  分钟, 使泡腾酸完全熔化, 氟哌酸从基质中全部释放到溶解介质  $0.1 \text{ mol/L}$  盐酸中。

3.2 冷水浴中冷却 1.5 小时, 目的使基质完全冷凝过滤除去, 以免干扰测定。

3.3 中国药典 1990 年版规定栓剂的主药含量应为标示量的  $90.0 \sim 110.0\%$ 。本法符合中国药典的规定。该法的平均回收率为  $95.04 \sim 100.71\%$ , 日内及日间变异系数不大于  $3.825\%$ 。

参考文献

- [1] 周厚琼·中国药学杂志, 1991, 26(7): 400
- [2] 叶久之等·中国药学杂志, 1992, 27(2): 94

## 系数倍率法测定复方氯霉素酊含量

徐州医学院附属医院 (徐州 221002) 胡道德

复方氯霉素酊<sup>[1]</sup>含有氯霉素和水杨酸两种成分, 临床应用较为广泛。该制剂无法定的定量标准, 仅有定性标准, 本文根据氯霉素和水杨酸在紫外区均有吸收且相互重叠的特点, 参照有关文献<sup>[2]</sup>, 采用系数倍率法, 不经分离, 直接在  $278$  和  $296 \text{ nm}$  两个波长处测定吸收度, 可同时测定氯霉素和水杨酸的含量。方法快速简便, 结果满意。

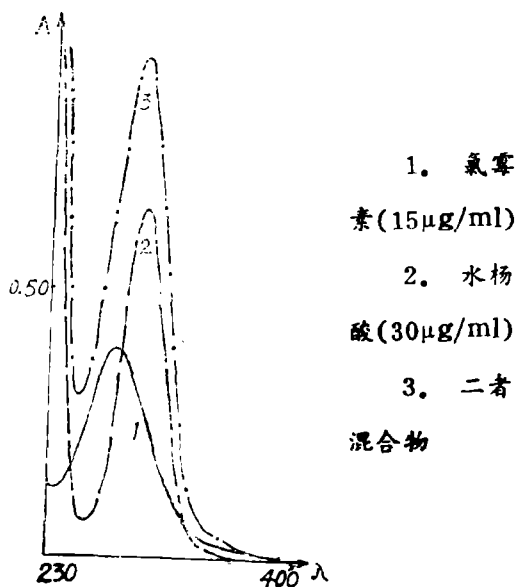
1 仪器与药品

岛津 UV-260 型分光光度计(日本), 7520 型分光光度计(上海)

氯霉素标准品(中国生物制品检定所), 批号 820311; 氯霉素和水杨酸(均为药用规格); 无水乙醇(AR级)

2 实验部分

2.1 光谱图的绘制及样品的稳定性



附图 紫外吸收曲线

分别精密称取 105℃ 干燥至恒重的氯霉素和水杨酸适量, 少量乙醇溶解, 配制成含氯霉素 15 μg/ml, 水杨酸 30 μg/ml 及两者混合液, 以蒸馏水为空白, 在 230~400nm 波长范围内扫描得紫外吸收光谱 (附图)。将上述溶液室温避光放置, 每隔一定时间测定各组分及混合组分的吸收光谱, 结果 24 h 内光谱几无变化。

### 2.2 波长的选择

由图谱可知, 氯霉素 278 nm 处有最大吸收, 而水杨酸吸收度较小; 水杨酸 296 nm 处有最大吸收, 而氯霉素吸收度较小, 所以选择氯霉素测定波长为 278 nm、参比波长为 296 nm; 水杨酸测定波长为 296 nm、参比波长为 278 nm。

### 2.3 K 值的测定

精密配制 4 种不同浓度的氯霉素 (10~25 μg/ml) 和水杨酸 (10~40 μg/ml) 的溶液, 分别在 278 nm、296 nm 波长处测定吸收度, 以  $K_{\text{水}} = A_{278\text{水}}/A_{296\text{水}}$ ;  $K_{\text{氯}} = A_{296\text{氯}}/A_{278\text{氯}}$ , 计算各 K 值。结果平均各 K 值:

$$K_{\text{水}} = 0.4488 (n=4, CV=1.59\%);$$

$$K_{\text{氯}} = 1.4262 (n=4, CV=0.67\%)。$$

因此求氯霉素  $\Delta A$  时有:  $\Delta A = A_{278} - 0.4488 A_{296}$  (1); 求水杨酸  $\Delta A$  时有:  $\Delta A = A_{296} - 1.4262 A_{278}$  (2)。

### 2.4 工作曲线的绘制

氯霉素: 精密称取干燥恒重品氯霉素适量, 加入适量乙醇溶解, 以蒸馏水为溶媒, 分别配制成 5、10、15、20、25、30 μg/ml 的系列溶液, 在 278 nm、296 nm 处测定 A 值, 按 (1) 式计算  $\Delta A$  值, 可得浓度 C 与  $\Delta A$  的回归方程为:

$$\Delta A = 0.02044 C - 0.003201$$

$$r = 0.9997, n = 6。$$

水杨酸: 同法配制水杨酸 5、10、20、30、40、50 μg/ml 系列溶液, 在 296 nm、278 nm 处测定 A 值, 按 (2) 式计算  $\Delta A$  值, 可得浓度 C 与  $\Delta A$  的回归方程为:

$$\Delta A = 0.02633 C - 0.0014$$

$$r = 0.9998, n = 6。$$

### 2.5 回收率测定

按处方比例配制模拟溶液: 精密称取干燥至恒重的氯霉素约 50 mg, 水杨酸约 100 mg 按处方比例加其它成分配成 5 ml 酞液。精密吸取 1 ml 置 100 ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取该溶液 5 ml 置 50 ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 以水为空白, 分别在 278 nm 和 296 nm 处测定 A 值, 分别计算  $\Delta A$  值, 代入各自回归方程计算 C 与回收率。结果见表 1。

表 1

回收率试验结果

编号	氯霉素			水杨酸		
	加入量 (μg/ml)	测得量 (μg/ml)	回收率 (%)	加入量 (μg/ml)	测得量 (μg/ml)	回收率 (%)
1	9.18	9.15	99.67	18.69	18.61	99.57
2	9.66	9.69	100.31	19.67	19.75	100.41
3	10.87	10.70	98.44	22.13	21.97	99.28
4	11.59	11.56	99.74	23.61	23.50	99.53
5	12.08	12.09	100.08	24.59	24.35	99.02
6	11.48	11.45	99.74	19.64	19.72	100.41
7	10.20	10.22	100.20	17.46	17.64	101.03

(续表)

编号	氯霉素			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 (%)
8	8.93	9.02	101.01	15.27	15.37	100.65
9	13.32	13.47	101.13	23.56	23.76	100.85
$\bar{X}$ (%)			100.04			100.08
CV (%)			0.80			0.74

## 2.6 样品测定

精密吸取样品液 1ml 置 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密吸取该液 5 ml 置 50 ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,以水为空白,分别在 278 nm 和 296 nm 处测定 A 值,分别计算  $\Delta A$  值,通过各自回归方程计算 C,测得 3 个批号样品的含量。结果见表 2。

表2 样品测定结果 (n=3)

批号	氯霉素 (相当于标 示量%)	CV (%)	水杨酸 (相当于标 示量%)	CV (%)
930414	101.52	0.99	98.50	0.30
930628	98.33	1.52	99.32	0.46
940311	99.25	0.46	99.07	0.21

## 3 讨论

3.1 本文应用系数倍率法不经分离同时测定两组分含量,操作简便,结果准确,克服了双波长法中由于  $\Delta A$  太小以致于不能应用的弱点。

3.2 本文由于测定波长选择在被测组分的最大吸收波长处,而且避开了吸收曲线的峰谷及陡坡处,所以结果满意。

3.3 K 值的确定应使用不同浓度的标准溶液多次测定来确定,以减少干扰组分浓度变化较大时产生的误差。同时, K 值不宜过大,通常  $K \leq 2$  为好<sup>[1]</sup>。

## 参考文献

- [1] 湖北省卫生厅编.湖北省医院制剂规范,1987,91
- [2] 李永康.药物分析杂志,1989,9(5):310
- [3] 于盛茂,崔敏,钱月中.药物分析杂志,1988,8(2):11<sub>1</sub>

## 原子吸收分光光度法测定藏糙苏的十二种无机元素的含量

成都军区总医院药局(成都 610083) 刘明蓉 王晓慧 陈宜彬

**摘要** 作者采用原子吸收分光光度法,测定藏糙苏12种无机元素的含量,结果表明测定的微量元素中铁、锌、铜、锰含量较高,有害元素镉含量较低,铅含量太低未能测出。

**关键词** 藏糙苏 无机元素 微量元素

藏糙苏 (*phlomis younghusbandii* Mukerjee) 又名螃蟹甲,系藏族习用药材,藏文名为露木尔,为唇形科植物。该药具有祛风清热,止咳化痰,生肌敛疮之功效<sup>[1]</sup>。数年