

• 药品分析与检验 •

双波长紫外分光光度法测定乳膏 制剂中醋酸曲安缩松的含量

庄海旗¹ 蔡 春 莫丽儿 刘江琴

(广东医学院化学教研室, 湛江 524023)

摘要 用双波长紫外分光光度法测定乳膏剂中醋酸曲安缩松含量, 通过解回归方程法可扣除软膏基质干扰, 结果平均回收率为100.2%, $CV = 0.39\%$ ($n = 5$), 方法快速, 简便, 准确。

关键词 醋酸曲安缩松 软膏剂 紫外分光光度法

1 仪器与试剂

752型紫外光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂), 醋酸曲安缩松(分析纯), 乳膏基质(含硬脂酸, NaOH, 甘油, 薄荷醇, 蒸馏水), 95%乙醇(分析纯), 样品: 醋酸曲安缩松乳膏剂(广东医学院科技开发中心提供)。

2 实验与结果

2.1 紫外吸收光谱

由图1所示, 醋酸曲安缩松的紫外吸收光谱 λ_{max} 为240 nm, 乳膏基质在210~360 nm处均有干扰, 并在257 nm处有最大吸收峰; 样品吸收曲线为醋酸曲安缩松与乳剂基质的倍增吸收曲线。在240 nm和257 nm处分别测定样品吸光度, 通过解回归方程可求得醋酸曲安缩松的准确含量。

2.2 醋酸曲安缩松和乳剂基质的线性考察

精密称取100 mg 醋酸曲安缩松和2.0 g 乳剂基质, 分别以95%乙醇溶解稀释成含醋酸曲安缩松4、8、12、16、20、24、28 $\mu\text{g/ml}$ 和含乳剂基质4、8、12、16、20、24、28 mg/ml 的溶液, 并在240 nm和257 nm波长处测定各吸光度(1 cm比色皿, 下同), 结果如表1和表2所示。二者统计回归结果见表3。

结果表明, 醋酸曲安缩松在4~28 $\mu\text{g/ml}$, 和



图 1:

1. 醋酸曲安缩松吸收曲线
2. 乳剂基质吸收曲线
3. 样品吸收曲线

乳剂基质在4~28 mg/ml 浓度时, 吸光度与浓度关系呈良好的线性关系。

2.3 解回归方程组法测定样品含量

根据表3回归方程, 按文献^[1,2]公式解联立方程, 求得样品中主药的含量与样品在波长240 nm和257 nm处的 A_{240} 和 A_{257} 的关系:

1. 庄海旗, 男, 39岁。1988年毕业于武汉华中师范大学化学系。

表 1 醋酸曲安缩松吸光度测定数据

药量($\mu\text{g}/\text{ml}$)	4	8	12	16	20	24	28
$A_1(240\text{nm})$	0.120	0.247	0.370	0.493	0.624	0.751	0.873
$A_2(257\text{nm})$	0.074	0.150	0.224	0.298	0.379	0.455	0.524

表 2 乳剂基质溶液的吸光度测定数据

药量(mg/ml)	4	8	12	16	20	24	28
$A_3(240\text{nm})$	0.075	0.150	0.226	0.302	0.372	0.454	0.527
$A_4(257\text{nm})$	0.133	0.264	0.430	0.535	0.660	0.798	0.930

表 3 醋酸曲安缩松和乳剂基质的线性考察结果($n=6$)

$\lambda(\text{nm})$	醋酸曲安缩松	γ	乳剂基质	γ
	回归方程		回归方程	
240	$A = 0.0314C - 0.0061$	0.9999	$A = 0.0189C - 0.0008$	0.9998
257	$A = 0.0189C - 0.0016$	0.9999	$A = 0.0332C + 0.0002$	0.9999

$$C(\mu\text{g}/\text{ml}) = \frac{332A_{240} - 189A_{257} + 2.03}{6.85}$$

$$\text{样品百分含量} = \frac{\text{稀释体积}(\text{ml}) \times C}{\text{样品重}(\text{mg}) \times 10^3} \times 100\%$$

准确称取同一批号样品 1.09 四份, 用 95% 乙醇溶解后, 配成 100 ml 溶液, 于 240 nm 和 257 nm 波长处测定吸收值, 按上式公式计算测定值和原样品的百分含量如表 4 所示。

表 4 同一批号样品测定结果(批号: 941105)

样品 编号	240nm A_{240}	257nm $A_{257\text{nm}}$	测定浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	样品 含量 (%)	相当于 标示量 (%)
1*	0.551	0.561	11.52	0.115	104.5
2*	0.536	0.539	11.40	0.114	103.6
3*	0.532	0.540	11.18	0.112	101.8
4*	0.546	0.548	11.64	0.116	105.4
CV%	1.62	1.85	1.69	1.49	

2.4 回收率试验

在表 4 1-4* 样品溶液中分别加入已知量的标准醋酸曲安缩松, 并按前法测定, 分别计算出每组样品的浓度及回收率, 结果见表 5。

2.5 不同批号样品测定

五批样品用本法与药典法分别测定, 结果见表 6。

表 5 回收率试验

样品 号	样品液 + 投入量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	A_{240}	A_{257}	测定量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率 (%)
1*	11.52 + 6.00	0.744	0.681	17.55	100.8
2*	11.40 + 8.00	0.793	0.700	19.40	100.3
2*	11.40 + 10.00	0.853	0.731	21.47	100.7
3*	11.18 + 12.00	0.908	0.765	23.20	100.2
4*	11.64 + 14.00	0.983	0.809	25.60	99.8

表 6 乳膏制剂中醋酸曲安缩松测定结果
($n=4$)

批 号	本法(%)	药典法(%)
941105	0.114	0.110
941203	0.112	0.109
950108	0.116	0.115
950212	0.112	0.104
950403	0.113	0.109

3 讨论

3.1 本实验用双波长分光光度法消除乳剂基质干扰测定主药含量, 方法确立后, 只需要测定样品在二波长的吸收值即可求得准确量, 因而快速、简便, 准确度高, 结果令人十分满意。

3.2 由于乳膏制剂仍存在主药和基质分布不均匀性, 在同一批样品测定结果的变异系数较大(如表

4 中 A_{240} : $CV = 1.62\%$, A_{257} : $CV = 1.85\%$, 样品含量: $CV = 1.49\%$ 。

3.3 本文联合方程的解仅适用于本乳膏基质组成的醋酸曲安缩松软膏制剂的含量测定。

参 考 文 献

1 孙汉寿, 等. 吸收度线性组合分光光度法的初步

探讨. 药学学报, 1988, 23(5):375

2 孙汉寿, 等. 吸收度线性组合分光光度法 进一步探讨. 药学学报, 1988, 23(9):693

收稿日期: 1995-01-06