

复方麝香草酚洗剂中麝香草酚的含量测定研究

张德根¹, 沈忠华², 张吕立¹ (1. 浙江省桐乡市第一人民医院, 浙江 桐乡 314500; 2. 嘉兴市药品监督管理局桐乡市分局)

摘要:目的 建立复方麝香草酚洗剂中麝香草酚含量的方法。方法 采用差示分光光度法, 在 291nm 处测定复方麝香草酚洗剂中麝香草酚含量。结果 本方法线性方程为 $\Delta A = 0.009964 + 0.02410C$, $r = 0.9999$ ($n = 7$), 范围 $8 \sim 32 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 平均回收率 100.2%, $\text{RSD} = 0.88\%$ 。结论 差示分光光度法可作为测定复方麝香草酚洗剂中麝香草酚的含量测定方法, 本实验研究为该产品的质量控制提供了可靠依据。

关键词: 复方麝香草酚洗剂; 麝香草酚; 差示分光光度法

A study on the determination of thymol in Compound thymol lotion

ZHANG De-gen, SHEN Zhong-hua, ZHANG Lu-li (1. People's Hospital of Tongxiang Zhejiang, Tongxiang 314500, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a convenient and efficient method for the determination of thymol in Compound thymol lotion. **METHOD** Differential spectrophotometry was employed for content determination of thymol with detecting wavelength of 291nm. **RESULTS** The regression equation was $\Delta A = 0.009964 + 0.02410C$, $r = 0.9999$ ($n = 7$), ($8 \sim 32 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$). The average recovery is 100.2% ($\text{RSD} 0.88\%$). **CONCLUSION** The described method is simple, rapid and accurate for the determination of thymol in Compound thymol lotion.

KEY WORDS: Compound thymol lotion; thymol; Differential spectrophotometry

复方麝香草酚洗剂为外用药, 具有消炎、止痒作用, 用于皮肤瘙痒及痱子等。作为一种医院制剂, 现有质量标准中没有含量测定项目^[1]。为了完善药品质量标准, 控制制剂的质量, 确保制剂的疗效, 本文对其主要有效成分的麝香草酚用差示分光光度法测定了含量。

1 仪器与试剂

TU-1000 型分光光度计(北京市通用仪器设备公司); 上分 7520 型分光光度计(上海分析仪器厂); AE-240 型电子天平(瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司); 麝香草酚对照品(中国药品生物制品检定所); 复方麝香草酚洗剂(本院制剂室自制); 其他试剂均为分析纯; 水为自制重蒸馏水。

2 方法与结果

基金项目: 浙江省药学会药剂专业委员会医院药学科科研基金资助课题

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒重的麝香草酚对照品约 50mg,加乙醇定容至 50mL,作为对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 精密量取样品溶液 5mL,加乙醇定容至 50mL,作为供试品溶液。

2.1.3 空白对照液的制备 称取或量取不含麝香草酚的其他药品,按样品的制备工艺及供试品溶液的制备方法同法制备,作为空白对照液。

2.2 测定波长的选择

精密量取对照品溶液及空白对照液各 2 等份,每份 1mL,各置 50 mL 容量瓶中,分别用 0.1mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液和水稀释至刻度,摇匀,以前者作样品液,后者为参比液,在波长 250 ~ 350nm 范围内扫描,得差示吸收光谱图。

对照品溶液麝香草酚在 291nm 处有最大的 ΔA。而空白对照液同法操作在 291nm 处的 ΔA 几乎为零。说明处方中樟脑、甘油等辅料在此处对麝香草酚的测定没有干扰,故选用 291nm 为测定波长。

2.3 标准曲线的制备

分别精密吸取对照品溶液 0.4,0.6,0.8,1.0,1.2,1.4,1.6mL 各 2 等份,各置 50mL 量瓶中,分别用 0.1mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液和水稀释至刻度,摇匀,以前者作样品液,后者为参比液在 291nm 处测定差示吸收值 ΔA,结果表明在 8 ~ 32μg · mL⁻¹ 浓度范围内差示吸收值 ΔA 与浓度 C 呈良好的线性关系。其回归方程: ΔA = 0.009964 + 0.02410C, r = 0.9999 (n = 7)。

2.4 稳定性试验

取标准曲线的制备项下麝香草酚浓度为 20μg · mL⁻¹ 的测定溶液室温下放置 0.5,1,2,4,8,12,36 和 48h,测定差示吸收值 ΔA,其数值几乎不变。

2.5 重复性试验

为考察方法的重复性,取同一批号的样品按样品测定法测定 7 次,对测定结果进行数据处理 RSD = 0.74%,说明本方法有较好的重现性。

2.6 回收率试验

精密称取干燥至恒重的麝香草酚对照品约 250mg,置 25mL 量瓶中,按复方麝香草酚洗剂的处方比例加入其他成份,并加水至刻度,摇匀。按 2.1.2 供试品溶液的制备及 2.3 标准曲线的制备项下操作,平均回收率为 100.2%,RSD = 0.88%,结果见表 1。

2.7 样品含量测定

取 2.1.2 供试品溶液的制备项下的供试品溶液 1mL 各 2 等份,置 50mL 量瓶中,分别用 0.1mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液和水稀释至刻度,摇匀,以前者作样品液,后者为参比液,在 291nm 处测定差示吸收值 ΔA,并按线性回归方程计算含量,结果见表 2。

表 1 回收率测定结果 (n = 5)

投入量 (μg · mL ⁻¹)	测得量 (μg · mL ⁻¹)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
20.16	20.46	101.49		
21.76	21.87	100.50		
22.16	22.08	99.46	100.2	0.88
19.12	19.13	99.84		
20.08	19.92	99.20		

表 2 样品测定结果/标示量%, (n = 3)

批号	含量 (%)	RSD (%)
20000630	100.4	0.71
20000914	99.3	0.32
20010510	105.0	0.52
20010821	101.4	0.47

3 讨论

3.1 测定剂中麝香草酚的含量主要有氧化还原滴定法^[2]、对照品分光光度法^[3]、气相色谱法^[4]。本实验根据本制剂特点,经研究建立了差示分光光度法测定麝香草酚含量,为控制复方洗剂的质量提供了有效方法。

3.2 本实验在设计测定方法时,曾采用 2 等份溶液分别加 0.1mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液和 0.1mol · L⁻¹ 盐酸溶液与 0.1mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液和水进行比较,发现后者也能得到良好结果,而且操作更加简单,故最后采用 2 等份溶液分别加 0.1mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液和水的方法;同时,测定液中,氢氧化钠的浓度对最大吸收波长及吸收值均有一定影响,但当浓度达到一定值后,这种影响消失。故在标准曲线制备和回收率试验中,用于定容的氢氧化钠量虽稍有不同,但对测定结果没有影响。

参考文献

[1] 浙江省卫生厅. 浙江省医院制剂规范[M]. 第一版. 杭州:浙江科学技术出版社,1988:196.

[2] 浙江省卫生厅. 浙江省医院制剂规范[M]. 第一版. 杭州:浙江科学技术出版社,1988:433.

[3] 卫生部药政局. 中国医院制剂规范[M]. 第二版. 北京:中国医药科技出版社,1995:160.

[4] 钱小平,赵远征,李珠华. 用 GC 法测定冷巴布贴剂中樟脑、薄荷醇、水杨酸甲酯和麝香草酚[J]. 色谱,2000,18(1):267.

收稿日期:2002-12-21