

表2

样品测定结果

批号	线性滴定法(mg/片)				标准法(mg/片)			
	A	$\bar{X} \pm SD$	P	$\bar{X} \pm SD$	A	$\bar{X} \pm SD$	P	$\bar{X} \pm SD$
930513	51.03		33.58		51.14		33.46	
	51.33		33.91		51.45		33.51	
	50.96	51.2±0.183	33.41	33.7±0.23	51.50	51.4±0.20	33.56	33.5±0.06
	51.28		33.82		51.60		33.43	
	51.08		34.64		51.75		34.13	
930519	51.23		34.26		51.21		34.09	
	50.98	51.1±0.10	34.54	34.5±0.16	51.25	51.4±0.25	34.14	34.1±0.09
	51.13		34.4		51.45		33.95	
	51.45		34.18		51.90		33.86	
	51.29		34.23		51.78		33.81	
930525	51.21	51.3±0.13	34.01	34.2±0.11	51.28	51.7±0.31	33.91	33.8±0.07
	51.15		34.28		51.95		33.74	

2. 样品测定 取本品20片,精密称重,研细。精密称取片粉适量(约相当于乙酰水杨酸0.3g),置100ml量瓶中,加中性乙醇10ml,振摇使溶解、加水至刻度,摇匀,过滤。以下按“回收率测定”项下操作。求得样品等当点时的体积及含量。本文利用线性滴定法

和甘卫药准字(85)方法同时对三批样品进行了测定。测定结果见表2。

参考文献

- [1] Ingma F, et al. *Talanta*, 1966,13:1431
 [2] 汪葆俊等.线性滴定法,北京高等教育出版社,1985.

紫外分光光度法测定氧氟沙星滴耳液的含量

湖南医科大学附二院药剂科(长沙 410011)

李健和 黄波 许树梧 郑剑侠*

摘要 紫外分光光度法测定氧氟沙星滴耳液中氧氟沙星的含量,以0.1mol/L盐酸为溶剂,测定波长293nm,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为913,测定平均回收率为99.4%,RSD=0.20%(n=5)。滴耳液附加剂对测定无干扰。

关键词 氧氟沙星 滴耳液 分光光度法
 氧氟沙星(Ofloxacin)又名氟嗟酸,其滴耳液已由日本第一制药株式会社生产上市,用于治疗儿童及成人中耳炎、外耳道炎及鼓膜炎具有显著疗效及安全性。该原料药和片剂的含量测定采用电位滴定法^[1],但此法操作繁琐,难适用于滴耳液的含量测定。本文

* 河南省汝县人民医院药剂科

采用紫外分光光度法测定氧氟沙星滴耳液的含量,方法简便可靠,结果满意。

一、实验方法和结果

1. 仪器与试剂

紫外分光光度计:岛津 UV—2100 型(日本岛津制作所),53W 型(上海兴达数字仪器厂),751G 型、751GW 型、753W 型(上海分析仪器厂)。

氧氟沙星原料药:江苏昆山制药总厂。
氧氟沙星对照品:原料药用酸、碱处理的方法精制 3 次,并经电位滴定法测得含量为 99.8%。氧氟沙星滴耳液:湖南医科大学附

二院药剂科试制。盐酸、醋酸、氢氧化钠均为分析纯。

2. 溶剂选择

取适量氧氟沙星对照品分别用浓度均为 0.1mol/L 的盐酸、醋酸、氢氧化钠为溶剂溶解稀释,于波长 190~450nm 之间用岛津 UV—2100 型分光光度计分别进行扫描。结果以 0.1mol/L 盐酸和 0.1mol/L 醋酸为溶剂的吸收曲线基本一致,紫外吸收峰尖而高;以 0.1mol/L 氢氧化钠为溶剂时,吸收曲线发生移动;所得扫描光谱见图 1。本文确定以 0.1mol/L 盐酸为测定溶剂。

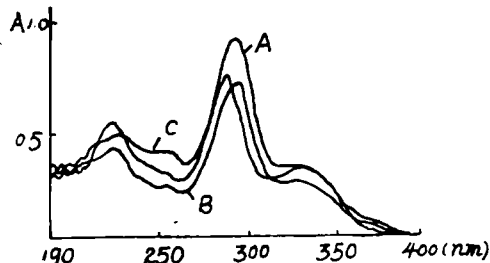


图 1 氧氟沙星在不同溶剂中的吸收光谱曲线

A: 盐酸

B: 醋酸

C: 氢氧化钠

3. 溶液制备及波长选择

(1) 对照品溶液的制备 精密称取 105℃干燥至恒重的氧氟沙星对照品 50mg,置 250ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶解并稀释至刻度,摇匀。

(2) 供试品溶液的制备 精密量取氧氟沙星滴耳液适量,用 0.1mol/L 盐酸定量稀释成每 1ml 中含氧氟沙星 6μg 的溶液

(3) 空白对照溶液的制备 依照处方,配制不含氧氟沙星的滴耳液适量,再按供试品溶液的制备方法制备。

(4) 紫外吸收光谱 取对照品溶液 (0.2mg/ml) 适量用 0.1mol/L 盐酸稀释成 6μg/ml 氧氟沙星的溶液,并与供试品溶液

和空白对照溶液一起,以 0.1mol/L 盐酸为空白,分别在岛津 UV—2100 型紫外分光光度计上扫描,所得吸收光谱见图 2。

从图 2 可知,对照品与供试品的吸收曲线基本一致,在 227±1nm、293nm 及 326±1nm(肩)波长处有吸收峰,其中以 293nm 处吸收峰的波长适中,吸收强度较大,且溶剂及辅料在此附近未见有干扰吸收,故确定 293nm 为测定波长。

4. 标准曲线的绘制

取上述对照品溶液 (0.2mg/ml) 适量,用 0.1mol/L 盐酸分别稀释成 2、4、6、8、10、12μg/ml 的溶液,以 0.1mol/L 盐酸为空白,于 293nm 处测定其吸收度,绘制标准曲线并

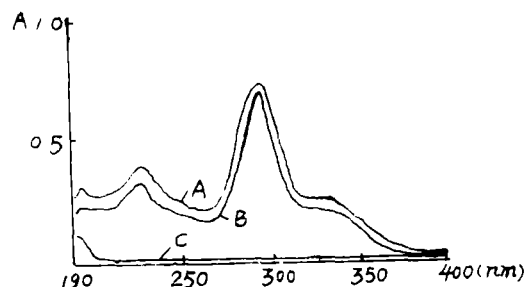


图2 氧氟沙星盐酸溶液的吸收光谱曲线
A: 供试品 B: 对照品 C: 空白对照

求出回归方程为 $C = 11.13A - 0.02003$, $r = 0.9999$ 。在 $2 \sim 12 \mu\text{g/ml}$ 浓度范围内吸收度与浓度线性关系良好,符合比耳定律。

5. 稳定性试验

取上述浓度分别为 $4 \mu\text{g/ml}$ 和 $8 \mu\text{g/ml}$ 的对照品溶液及供试品溶液分别 0、2、4、8、24、43h 后测定,其吸收度几乎无变化(室温不避光条件下)。

6. 吸收系数测定

取上述浓度为 $4 \mu\text{g/ml}$ 和 $8 \mu\text{g/ml}$ 的对照品溶液各 2 份,分别在 5 种不同型号的分光光度计上测定 293nm 处的吸收度,计算吸收系数 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$),结果见表 1。

表 1 吸收系数 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$, $\lambda_{\text{max}} = 293\text{nm}$) 测定

	UV-2100	53W 751G	751GW	753W
稀溶液	915.0	920.0	910.0	915.0
浓溶液	913.8	918.8	910.0	915.0
$\bar{X} \pm S$		913.1 \pm 4.6		
RSD (%)		0.50		

7. 回收率试验

依照氧氟沙星滴耳液处方配制已知氧氟沙星准确投入量的试样溶液,在 293nm 处测定吸收度,分别用上述回归方程和吸收系数 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$) 计算回收率,结果见表 2。

表 2 回收率的测定结果 (n=5)

投入量 ($\mu\text{g/ml}$)	回归方程法		吸收系数法	
	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)
6.18	6.13	99.2	6.15	99.5
6.20	6.12	98.7	6.18	99.7
6.10	6.04	99.0	6.05	99.2
6.06	6.01	99.2	6.02	99.3
6.15	6.08	98.9	6.11	99.3
$\bar{X} \pm S$		99.0 \pm 0.21		99.4 \pm 0.20
RSD (%)		0.21		0.20

8. 样品测定和结果

取不同批号的氧氟沙星滴耳液,按供试品溶液制备方法制备,在 293nm 处测定吸收度,按氧氟沙星 $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{FN}_3\text{O}_4$ 的吸收系数 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$) 为 913 计算含量。结果见表 3。

表 3 样品含量测定结果

批号	标示量 (%)	RSD (%)
920525	105.3	0.26
920527	104.5	0.20
920529	106.3	0.24

二、讨论

氧氟沙星在冰醋酸中易溶,在稀酸及氢

氧化钠溶液(0.1mol/L)中略溶。据此以这三种物质为溶剂溶解稀释氧氟沙星,结果以0.1mol/L盐酸和0.1mol/L醋酸为溶剂的吸收曲线基本一致,而以0.1mol/L氢氧化钠为溶剂时,吸收率转移。这是由于溶剂效应的影响而使其紫外吸收光谱(吸收波长、吸收强度、光谱形状)有所差异。

本法简便快速,以0.1mol/L盐酸为溶

剂,吸收波长与吸收度都较稳定,测定波长处滴耳液附加剂对测定无干扰,测定结果较准确,适用于医院制剂的含量测定。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部标准(试行),WS-110(X-92)-92

矮脚苦蒿挥发油成分分析

第二军医大学药学院(上海 200433) 张尊祥* 石静** 张静*** 廖时莹

矮脚苦蒿为菊科(composite)植物矮脚苦蒿(*conyza blinii* Lévl)的全草,主要分布于云南四川等地^[1]。民间用于治疗急性黄疸型肝炎,老年慢性气管炎,口腔炎,扁桃腺炎等症。药理试验证明其水煎液对肺炎双球菌,金黄色葡萄球菌,肺炎杆菌等菌种均有明显的抑制作用,亦具有明显的消炎止咳、祛痰、平喘等作用。^[2]关于矮脚苦蒿的化学成分文献报道很少,仅杨崇仁等从其氯仿提取部分分得矮脚苦蒿素^[3]。为搞清其化学成分,提取分离出有效成分,我们对该植物的化学成分进行了系统的研究。现报道关于挥发油部分的成分分析。我们采用气象色谱质谱联用,分离检出35个峰,鉴定了其中16个峰。均为首次从该植物中发现。

一、材料和方法

1 苦蒿样品来自于云南大理地区,经鉴定为菊科植物苦蒿(*conyza blinii* Lévl)。干燥样品粉碎后供提挥发油用。

2 挥发油的提取 干燥样品粉碎后,用水蒸汽蒸馏提取得黄色油状液体,有芳香气

味。将挥发油放置于冰箱中冷藏,以供气相一质谱分析用。

(1) 实验条件 美国 Finnigan MAT 公司 Mode 14150 GC/MS/DS 数据系统为 NOVA/4 计算机, Dable 磁盘机(10·Mb)及终端打印机等。

(2) 操作条件 色谱柱 SE-54, 长 30m, 内径 0.25mm。气相色谱载气为 He, 柱前压为 68.9KPa, 分流比为 20:1, 进样量为 1μl, 柱温为 50℃(3min), 50~250℃ 以 8℃/min 程序升温, 并于 240℃ 保持 10min, 进样口温度 250℃, 分离器温度为 250℃, 传输管线为 250℃。

(3) 质谱电离方式 EL, 电子能量: 70eV 发射电流: 0.25mA, 倍增电压: 1.250V, 质量范围 45—650amu, 扫描周期: 1S, 离子源温度: 250℃。

(4) 化合物的鉴定采用计算机谱库检索(具有 31331 个化合物标准谱图的 NBS 谱库)程序, 有标准的核对色谱保留时间, 利用化学电离法确定其分子量以及选择性离子监测段等多种手段相比较得出。

* 杭州陆军疗养院 ** 南昌市解放军 94 医院

** 青岛警备区门诊部