

紫外分光光度法测定氟哌酸泡腾栓的含量

空军医学高等专科学校(吉林 132011)张秀荣 侯景孝

氟哌酸(诺氟沙星, norfloxacin)为新一代喹诺酮类抗菌药,临床应用非常广泛。近年来用氟哌酸治疗淋病^[1],常用剂型有胶囊剂、注射剂,其治疗效果并不理想。为使其更好地发挥疗效,减少对胃肠道的刺激性,我们研制了氟哌酸泡腾栓。现将含量测定方法报道如下:

1 仪器与试剂

1.1 仪器 UV-VIS 53 W(上海), TG328A 电光分析天平(浙江温州)。

1.2 药品 氟哌酸由吉林市康达制药厂提供;氟哌酸泡腾栓,自制,每枚含氟哌酸为0.8g。平均栓重为 2.835 ± 0.01755 g。盐酸,分析纯,吉林市白山化工厂产品。

2 测定方法和结果

2.1 测定条件的选择

氟哌酸为一难溶性药物,但在酸性或碱性溶液中溶解,我们选择了酸性条件,因氟哌酸在酸性条件下吸收良好,本试验选择0.1 mol/L的盐酸作为溶解介质,测定波长文献报道氟哌酸在277.8 nm处有最大吸收^[2],本文选择 277 ± 1 nm为测定波长。

2.2 标准曲线的制备

精密称取于105℃干燥4h至恒重的氟哌酸100mg,置100ml容量瓶中加0.1mol

/L盐酸稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。精密吸取该贮备液分别配成2、4、5、6、8、10 μ g/ml的标准液,以0.1 ml/L盐酸为空白,在 277 ± 1 nm波长处测定吸收度(A),得其回归方程:

$$C = -0.5726 + 7.9168A$$

$$r = 0.9992 (C: \mu\text{g/ml})$$

2.3 测定方法

取自制泡腾栓10枚精密称定后,熔化,混匀,再灌入栓膜内(实心栓),待冷凝后取出切成细末。精密称取该细末2.8 mg,置100ml烧杯中,加50ml 0.1 mol/L盐酸,在沸水浴上加热熔化溶解10分钟(pH2),然后置冷水浴中(15~16℃)冷却1.5小时,移置室温,用抽滤瓶过滤除去冷凝基质,用0.1 mol/L盐酸洗涤沉淀2次,滤液和洗涤液合并定量转移至100 ml容量瓶中,加0.1 mol/L盐酸稀释至刻度摇匀。精密吸取该液1ml,加0.1 mol/L盐酸稀释至100ml摇匀。再从中精密吸取5ml,加0.1 mol/L盐酸稀释至50ml,摇匀。用0.1 mol/L盐酸作空白,在 277 ± 1 nm波长处测吸收度A值,代入标准曲线回归方程,求出氟哌酸浓度,即而算出标示量含量的百分比。

表1

回收率

加入量 ($\mu\text{g/ml}$)	日内(n=5)			日间(n=3)		
	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	平均回收率 (%)	CV (%)	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	平均回收率 (%)	CV (%)
6	5.951	95.04	3.098	5.658	95.18	3.825
8	8.065	97.38	2.147	7.780	98.00	2.565
10	10.320	100.71	2.389	9.893	99.56	3.380

2.4 回收率实验

配制不同浓度的氟哌酸模拟溶液, 在 277 ± 1 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 0.1mol/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 0.1mol/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 90.0~110.0%。本法符合中国药典的规定。该法的平均回收率为 95.04~100.71%, 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^[1]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^[2], 采用系数倍率法, 不经分离, 直接在 278 和 296nm 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。

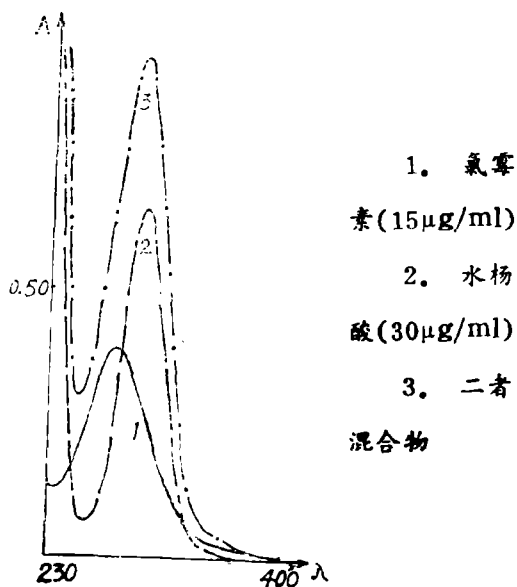
1 仪器与药品

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