

表 2 不同厂家乙酰螺旋霉素片含量结果

编号	生产厂	批号	平均片重(g)	吸收度(A)	浓度($\mu\text{g/ml}$)	乙酰螺旋霉素片含量(%)
1	天津	951231	0.277356	0.286	10.40	71.98
2	唐山	960224	0.23796	0.334	11.96	71.04
3	河南	960126	0.35617	0.228	8.53	75.83
4	浙江	96030145	0.31532	0.293	10.63	83.81
5	石家庄1	961204FN	0.24249	0.401	14.12	85.56
6	石家庄2	960301	0.32000	0.263	9.66	77.08

取续滤液 0.5ml, 置 50ml 量瓶中, 分别加入 1ml、3ml、5ml 标准溶液(标准液制备: 0.01006g⁻¹ 100ml), 加 0.1mol/L 盐酸稀释至刻度, 以

0.1mol/L 盐酸作空白, 在 232nm 波长处测定吸收度, 测得结果见表 3。

3 讨论

表 3 加样回收试验结果

样品量($\mu\text{g/ml}$)	加入标准品量($\mu\text{g/ml}$)	吸收度(A)	总乙酰螺旋霉素量($\mu\text{g/ml}$)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
14.12	2.012	0.247	9.14	101.02	100.36	0.83
	6.036	0.369	13.09	99.90		
	10.06	0.495	17.16	100.40		
9.66	2.012	0.175	6.82	98.91	100.89	101.01
	6.036	0.302	10.92	100.89		
	10.06	0.428	14.99	101.01		

乙酰螺旋霉素的测定方法有: 高效液相色谱法、微生物检定法和紫外分光光度法等。笔者对 6 个厂家生产的乙酰螺旋霉素片中的乙酰螺旋霉素含量用紫外分光光度法进行测定, 此法简便、快速、灵敏度高。加样平均回收率为 100.36%, RSD 为 0.83%。

根据 1995 年版部颁标准, HPLC 测定乙酰螺旋霉素的含量, 按单、双乙酰螺旋霉素 4 个组分的总含量不得低于 75%。我们采用 UV 法测得结果与部颁标准规定的 HPLC 数据基本一致, 其中 4 个厂家在 75% 以上, 仅 2 个厂家在

75% 以下。

乙酰螺旋霉素的含量达不到规定要求必将使临床治疗效果受到影响, 提示有关厂家对原料的纯度、生产工艺、质控等标准应加以重视, 以确保药品的质量和用药安全。

参考文献

- 1 华有樾, 潘福生. 中国医药工业杂志, 1993, 24(4): 179
- 2 李莉, 候凤霞, 李卫国. 中国药学杂志, 1994, 29(12): 740
- 3 丁青龙, 黄晓瑾, 沈小洁等. 中国药房, 1995, 6(2): 38
- 4 卫生部(95)卫药标字 01-03 号国家标准(暂行)
(收稿: 1998-06-29)

褶合光谱法测定复方地塞米松滴眼液的含量

史德懿 刘 怡¹ 张冬春²(上海市第六人民医院 上海 200233; ¹上海医科大学药学院 98 届本科毕业生 上海 200032; ²第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 目的: 建立不经分离同时测定地塞米松磷酸钠及干扰组分尼泊金乙酯含量的测定方法。方法: 以蒸馏水为空白, 采用褶合光谱法。结果: 平均回收率为 100.8%, 99.39%; RSD 为 1.00%, 0.61%。结论: 本法方便准确, 适用于紫外吸收有干扰的多组分制剂的常规分析。

关键词 复方地塞米松滴眼液; 地塞米松磷酸钠; 褶合光谱法; 含量测定

Application of convolution spectrometry method for determination of compound dexamethasone sodium phosphate eye drops

Shi Deyi, Liu Yi¹, Zhang Dongchun² (Shanghai Sixth People's Hospital, Shanghai 200233; ¹1998 Year's Graduated Student, College of Pharmacy, Shanghai Medical University, Shanghai 200032; ², College of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433)

ABSTRACT OBJECTIVE: To simultaneous determine the main- component dexamethasone sodium phosphate and the interfering- component ethylparaben in compound dexamethasone sodium phosphate eye drops without separation. **METHODS:** A convolution spectrometry method has been applied. **RESULTS:** The average recoveris and relative standard deviation were 100. 8%, 1. 0%; 99. 39% , 0. 61%, respectively. **CONCLUSION:** This method is convenient, accuracy and suitable for routine analysis of multicomponent preparation which has interference in ultraviolet spectrum.

KEY WORDS compound dexamethasone sodium phosphate eye drops, dexamethasone sodium phosphate, convolution spectrum method, quantiative deteminat ion

复方地塞米松滴眼液是由地塞米松磷酸钠、硫酸新霉素等组成的复方制剂。文献报道地塞米松磷酸钠的含量测定方法有紫外分光光度法、差示分光光度法^[1~2],但由于该制剂的防腐剂——尼泊金乙酯具有较强的紫外吸收而严重干扰了地塞米松的含量测定。本文应用褶合光谱分析法,成功地克服了尼泊金乙酯的干扰,不经分离同时测定了地塞米松磷酸钠和尼泊金乙酯的含量。本法具有方简便、结果准确之优点。

1 原理

褶合光谱分析法是第二军医大学吴玉田教授以 Glenn's 正交函数法为基础提出的一种崭新的数学变换方法。它根据谐波分析原理,将光谱吸收曲线看作是多个数学分量加权而成的。褶合曲线分析法系统采用类似多项式回归的褶合变换技术捕捉物质在紫外可见区吸收特征的变化,并将这种变换以数学分量的形式分离提取出来,构组成一种由成百上千条褶合曲线组合起来的新的独立的光谱体系——褶合光谱群。将吸收值与浓度之间的定量关系转换成各数学分量与浓度之间的定量关系。并以此为基础寻求新的定性定量方法。该法可以显示吸收曲线的细微差异,减少混合体系中共存组分的数学相关性,在混合物定量中该方法有明显的优势。

2 实验部分

2.1 仪器和试药

UV/Vis-W 褶合光谱仪(玉田分析仪器公司);地塞米松磷酸钠(ROUSSEL UCLAF);硫酸新霉素(上海先锋药业公司);尼泊金乙酯(上海海霞日用化学品厂);复方地塞米松滴眼液(我院自制)。

2.2 吸收曲线扫描

按处方比例配制地塞米松磷酸钠溶液和尼泊金乙酯溶液及两者混合溶液,以蒸馏水为空白在波长240~300nm 范围内扫描,绘制吸收光谱。

2.3 回收率试验

2.3.1 贮备液的配制 精称地塞米松磷酸钠约 62.0mg 置 25ml 容量瓶中,用蒸馏水溶解并稀释至刻度,备用;精称尼泊金乙酯约 37.0mg 置 25ml 容量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,备用。

2.3.2 模拟样品的配制 按处方比例 ±10% 范围内精密吸取各贮备液适量,置 100ml 容量瓶中,用蒸馏水定容,混匀,配制成 5 份模拟样品。

2.3.3 操作 以上各溶液以蒸馏水为空白,经褶合光谱仪双组分定量分析功能系统处理,采集240~300nm、间隔1nm的吸收度信息,选出最佳测定条件和回收率。

2.4 样品测定

按处方制备 3 批样品,各精密吸取 1.5ml 置 100ml 容量瓶中,用蒸馏水定容,按回收率试

验项下操作,测定样品中两组分含量。

2.5 结果

2.5.1 吸收曲线与相应褶合光谱(图 1~3)。图中 D 为地塞米松磷酸钠、N 为尼泊金乙酯、M 为混合物。从图 1 可见,主药和防腐剂的吸收光谱严重重叠,互相干扰。

2.5.2 地塞米松磷酸钠和尼泊金乙酯的回收率(表 1)。

2.5.3 样品测定结果(表 2,3)

3 讨论

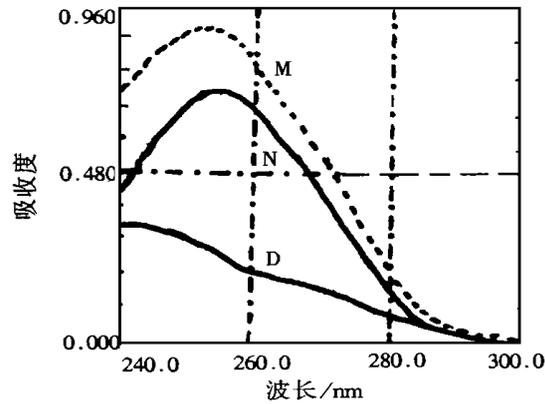


图 1 D、N 和 M 的吸收光谱

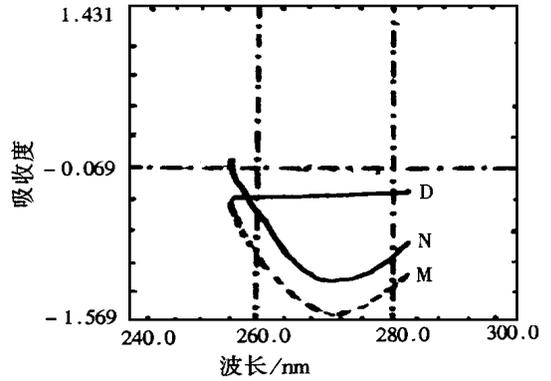


图 2 地塞米松磷酸钠的最佳褶合光谱

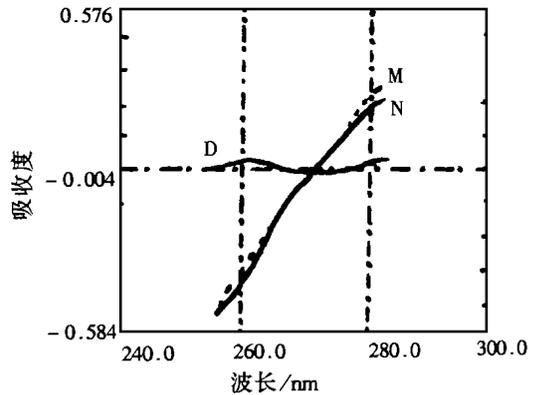


图 3 尼泊金乙酯的最佳褶合光谱

表 1 地塞米松磷酸钠和尼泊金乙酯回收率

编号	地塞米松磷酸钠			尼泊金乙酯		
	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	12.4200	12.5149	100.76	6.8040	6.7417	99.08
2	12.4200	12.6955	102.22	7.5600	7.4908	99.08
3	12.4200	12.3449	99.40	8.3160	8.2833	99.61
4	11.1780	11.2636	100.77	7.5600	7.5040	99.626
5	13.6620	13.8032	101.03	7.5600	7.5519	99.86
\bar{x}			100.84			99.39
RSD(%)			1.00			0.35

表 2 3 批复方地塞米松滴眼液含量测定结果(标示量%)

序号	地塞米松磷酸钠	尼泊金乙酯
1	101.68	99.81
2	102.23	100.85
3	100.32	101.46
\bar{x}	101.41	100.71
RSD	0.98	0.83

褶合光谱的特征之一是围绕平均波长轴(其数学分量值为 0)上下起伏,每个化合物均有其各自固定的过零点,这是双组分定量法的基础。因此,对含有 A 和 B 两个组分的混合物,组分 A 可以在组分 B 的褶合光谱过零点的

平均波长点上定量。同样,组分 B 也可以在组分 A 的褶合光谱过零点的平均波长点上定量。这些可能的测试点往往很多,本文根据待测组分的回收率 100%, RSD 接近于 0 选择最佳条件如下:

地塞米松磷酸钠: $N = 30, J = 1$; 尼泊金乙酯: $N = 30, J = 2$ 。其中 N 为测试点数, J 为褶合阶次。

尼泊金乙酯系抑菌剂,紫外吸收较强,干扰主药测定,我院在制剂质量控制中是先用紫外分光光度法测定主药含量,然后再加抑菌剂,因

此对整个制剂来说是缺少含量测定方法的。现采用褶合光谱法将尼泊金乙酯作为一个共存组分来进行双组分测定,真正完成了复方地塞米松滴眼液的质量控制。

参考文献

- 1 刘巍然. 复方地塞米松眼药水的紫外分光光度法测定. 贵州医学院学报, 1991, 16(3): 276
- 2 奚明宝. 差示分光光度法测定地塞米松磷酸钠注射液的含量. 药物分析杂志, 1991, 11(5): 291

(收稿: 1998-07-15)

褶合光谱法测定复方氧氟沙星滴耳液含量

张艳 茅志安 汪建民 王林 (武警浙江省总队医院 嘉兴 314000)

摘要 目的: 不经分离直接测定氧氟沙星和氢化可的松的含量。方法: 采用褶合光谱法。结果: 二组分的回收率和 *RSD* 分别为 100.24%, 0.68%; 100.09%, 0.61%。结论: 本法结果可靠、准确, 适于该耳液的含量测定。

关键词 褶合光谱法; 氧氟沙星; 氢化可的松; 含量测定

Determination of compound ofloxacin ear drops by convolution spectrometry method

Zhang Yan, Mao Zhian, Wang Jianming, Wang Lin (Zhejiang General Troops Hospital of The Chinese People's Armed Police Force, Jiaxing 314000)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determine ofloxacin and hydrocortisone in compound ofloxacin ear drops without separation. **METHODS:** The convolution spectrometry method was used. **RESULTS:** The average recovery and *RSD* of ofloxacin and hydrocortisone acetate were as 100.24%, 0.68%; 100.09%, 0.61%. **CONCLUSION:** The method is convenient, accuracy and suitable for the determination of ear drops.

KEY WORDS convolution spectrometry method, ofloxacin, hydrocortisone, determination

复方氧氟沙星滴耳液是我院根据临床需要研制的复方制剂,其主要成分是氧氟沙星和氢化可的松,这两种物质在紫外区的吸收光谱互相重叠。本文应用褶合光谱法不经分离同时测定两组分含量,方法简便,快速,稳定,结果准确。

1 基本原理

褶合光谱法是一种全新概念的广义光谱法,它根据谐波分析原理,将光谱吸收曲线看作是多个数学分量加权而成,并记录各数学分量随平均波长的变化轨迹,构成一种由成百上千条褶合曲线组合起来的褶合光谱群。通过褶合变换,在定量分析中能最大限度地消除干扰并在干扰组分褶合曲线交零的波长处测定待测组

分的含量,达到对两组分同时定量的目的。

2 仪器、试剂和药品

7530G 紫外可见分光光度计(上海分析仪器厂); 486 计算机; 褶合光谱软件(第二军医大学研制); 氧氟沙星(浙江新昌制药厂提供); 氢化可的松,符合中国药典规定; 稀醋酸, 95% 乙醇, 盐酸(AR); 复方氧氟沙星滴耳液(本院自制)。

3 处方

氧氟沙星 0.5g, 氢化可的松 1.0g, 稀醋酸适量, 95% 乙醇 40ml, 蒸馏水加至 100ml。

4 吸收光谱曲线的绘制

以 0.1mol/L 盐酸溶液为溶剂, 分别配制一定浓度的氧氟沙星溶液(0.5010mg/100ml) 和氢