

值改变对两性霉素 B 的容量因子 K' 影响较大,当流动相中磷酸盐缓冲液 $\text{pH} < 6$ 时, pH 值越小, K' 增大, pH 值增大时 K' 随 pH 值的增大而呈下降趋势;当磷酸盐缓冲液 pH 调至 6.20 时,其两性霉素 B 的 K' 变化相对稳定。故选定乙腈 - 磷酸盐缓冲液 ($\text{pH} 6.20$) (55:45, v/v) 作流动相,此时两性霉素 B 峰形对称,柱效高,保留时间短(为 5.4min),且能与分解物及杂质峰分开,测定样品周期为 6.5min。由于两性霉素 B 具多烯、多羟基结构,且碳链较长,这可能是造成两性霉素 B 出峰时间及峰形不很稳定的原因,加入 0.02mol/L 四丁基溴化铵,可使两性霉素 B 的出峰时间和峰形相对稳定,有利于样品的

测定。

样品的稳定性;将测定样品在室温避光与不避光放置,每 1h 测一次含量,其结果为避光的样品在 5h 内含量与 0h 相比变化 $< 1\%$,而不避光的样品含量下降 $> 6\%$,故本实验要求在避光条件下进行,并在 4h 内完成样品测定为最佳。

参考文献

- [1] Gallis HA, Drew RH, Pickard WW. Amphotericin B: 30 year of clinical experience. *Rev Infect Dis*, 1990; 12: 308 ~ 29
- [2] 中国药典. 1995 年版. 二部: 272 ~ 3
- [3] USP XXIV. 1995, I: 105
- [4] Mechinski W, Schaffner C. Separation of polyene antifungal antibiotics by highspeed liquid chromatography. *J Chromatogr*. 1974; 99: 619

一阶导数光谱法测定泻立宁合剂中诺氟沙星的含量

程 宓 韩福鹏 徐世清

(丹东空军医院 丹东 118008)

摘要 本文采用一阶导数光谱法测定泻立宁合剂中诺氟沙星的含量,不受辅料和其它成分的干扰,简便、快速。平均回收率为 99.95%, RSD 为 0.88%。

关键词 诺氟沙星; 一阶导数光谱法; 含量测定

泻立宁是我院自行研制的一种抗菌、止泻的药物,是由诺氟沙星、硫酸庆大霉素、陈皮酊、颠茄酊、复方樟脑酊等组成的复方制剂。其主要成分诺氟沙星含量按资料^[1]方法测定,在紫外区受到其它组分的干扰,本文采用一阶导数光谱法,不经分离直接测定诺氟沙星的含量,获得满意的结果。

一、仪器与试剂

UV-2401PC、UVPC37 软件(日本岛津); 486 微机; EXce17.0(美国微软公司); pHs-4 型酸度计(杭州亚美电子仪器厂); 诺氟沙星(沈阳第六制药厂,批号 9705142); 硫酸庆大霉素、陈皮酊、颠茄酊、樟脑酊、聚山梨酯-80、冰醋酸等(均符合中国药典九五年版各药

项下的有关规定)。

二、实验方法与结果

(一) 处方

诺氟沙星 6.0g, 硫酸庆大霉素 2.4g, 陈皮酊 100ml, 颠茄酊 30.0ml, 复方樟脑酊 150ml, 聚山梨酯-80 20.0ml, 冰醋酸适量, 蒸馏水加至 3000ml。

(二) 制法

甲液: 将诺氟沙星溶于适量冰醋酸中, 硫酸庆大霉素溶于适量蒸馏水中, 两液混匀。乙液: 取陈皮酊、复方樟脑酊、颠茄酊与聚山梨酯-80 混匀, 缓缓加入适量蒸馏水中, 搅匀。将甲液缓缓加入乙液中随加随搅拌, 调至 pH 值 4.0 ~ 5.0, 加水使至全量, 分装为

300ml/瓶,即得。

(三)含量测定

1. 吸收光谱的绘制 精密称取 105℃ 干燥至恒重的诺氟沙星(沈阳第六制药厂,纯度为 99.977%)对照品适量,加少量冰醋酸使其溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释成含诺氟沙星 4μg/ml 的溶液作为对照液;按处方配制不加诺氟沙星的溶液,用盐酸(9→1000)成对照液相同倍数作辅料液;以盐酸溶液(9→1000)为空白,在 350 ~ 200nm 波长范围内扫描,分别绘制各液的零阶导数光谱图(见图1)和一阶导数光谱图(见图2),由图1可知辅料

诺氟沙星的一阶导数光谱图在 264 ± 1nm 和 286 ± 1nm 波长处分别有一波峰和波谷,而辅料在此波长处的一阶导数光谱图基本在零线上,对被测组分不产生干扰。

2. 精密称取 105℃ 干燥至恒重的诺氟沙星对照品 0.2g,精密称定,置 100ml 容器中,加冰醋酸使其溶解,用盐酸溶液(9→1000)至刻度,混匀,分别取 1、2、3、4、5ml 于 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)至刻度,摇匀,在 350 ~ 200nm 波长范围内扫描分别绘制一阶导数光谱图。在 264 ± 1nm 和 286 ± 1nm 波长处分别读取峰 - 谷的振幅值,并将读取的峰 - 谷的差值(ΔL)输入 UVPC37 软件中进行数据处理,得回归方程:

$$C = 79.46 \Delta L - 0.0317$$

Chi - Square: 0.00004 (r = 0.99996) 结果表明诺氟沙星在 2 ~ 12μg/ml 的浓度范围内线性关系良好。

3. 稳定性实验 以本品 4μg/ml 的盐酸溶液(9→1000)在 277 ± 1nm 处立即测定与室温放置 2、4、6、8、24h 和 120d 测定 Δ(ΔL) (0.0003)和 ΔpH(0.08)几乎无变化。

4. 回收试验 取 105℃ 干燥至恒重的诺氟沙星 0.2g,精密称定,按处方比例加入辅料液,混匀,精取 2ml(相当于诺氟沙星约 4μg/ml)置 1000ml 容量瓶中,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,在 350 ~ 200nm 波长范围内扫描并绘制一阶导数光谱图在 264 ± 1nm 和 286 ± 1nm 波长处分别测定波峰和波谷的数据输入 Excel7.0 中进行处理结果见表 1。

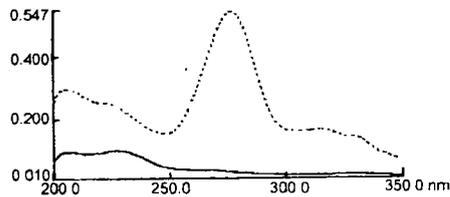


图 1 吸收光谱图
——辅料和其它组分
.....诺氟沙星

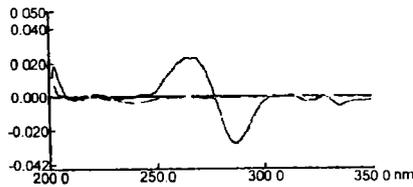


图 2 一阶导数光谱图
.....辅料和其它组分
——诺氟沙星

液对在紫外区直接测定诺氟沙星的含量有明显的干扰,由图 2 可知,在 277 ± 1nm 波长处

表 1 回收试验结果

投入量(g)	测得量(g)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
0.19998	0.20102	100.52	99.946	0.88
0.200007	0.19705	98.52		
0.199958	0.20102	100.53		
0.199980	0.20102	100.52		
0.213700	0.21294	99.64		

表2 样品测定结果(n=5)

序号	平均百分含量(%)	平均百分标示量(%)	RSD(%)
1	0.2036	101.79	0.66
2	0.1925	96.27	0.72
3	0.208	103.98	0.46
4	0.2026	101.31	0.72

5. 样品测定 精密量取泻立宁合剂适量(相当于诺氟沙星约 4 μ g/ml),按上述回收试验项下操作方法,测定 ΔL ,输入 Excel7.0 中计算诺氟沙星的百分标示量结果见表2。

三、小结

1. 一阶导数光谱法直接测定泻立宁合剂中诺氟沙星的含量,不受制剂中其它组分的干扰,不需分离,快速简便,结果满意。

2. 虽然 UVPC37 软件有直接输出计算结果的能力,如果结合 Excel7.0 来计算,可以节省大量的时间。

参考文献

[1]叶之火. 诺氟沙星胶囊溶出度考察. 中国医院药学杂志,1992;27(2):94

紫外分光光度法和旋光法分别测定呋麻滴鼻剂中两组分的含量

徐敏 黄德华*

(浙江中医院 杭州 310006)

摘要 用紫外分光光度法测定呋麻滴鼻剂中呋喃西林的含量,用旋光法测定呋麻滴鼻剂中盐酸麻黄碱的含量。回收率试验与中和法比较,结果无显著性差异。用本法测定呋麻滴鼻剂的含量,方法简便,可靠,准确性高。

关键词 呋麻滴鼻剂;紫外分光光度法;旋光法;含量测定

呋麻滴鼻剂为五官科常用治疗鼻炎的外用制剂,浙江省医院制剂规范用中和法测定盐酸麻黄碱的含量,用比色法测呋喃西林的含量。中国医院制剂规范用中和法测定盐酸麻黄碱的含量,用紫外分光光度法测呋喃西林的含量。盐酸麻黄碱含手性碳原子,有旋光性,因此,我们考虑用旋光法测定盐酸麻黄碱的含量。

一、仪器与试剂

754-紫外分光光度计(上海第三分析仪器厂);WZZ-2自动旋光仪(上海物理光学仪器厂)。乙醇 AR,0.1mol/L NaOH 溶液(按中国药典二部附录配制),呋麻滴鼻剂(本院制剂室自制),呋喃西林(江苏苏州勤建制药厂,批号:890302);盐酸麻黄碱(江苏丹阳市制药厂,批号:950304)。

二、方法与结果

(一)盐酸麻黄碱的含量测定

1. 标准曲线的制备 精密称取盐酸麻黄碱 10g,置 100ml 容量瓶中,用水溶解并稀释到刻度,精取上述溶液 2、5、10、15、20ml,分别置 100ml 容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度。配成 2、5、10、15、20mg/ml 的盐酸麻黄碱溶液。使用 2d 测定管,以水为空白,在室温下测定其旋光度,以浓度对旋光度做线性回归。结果表明:在 2~25mg/L 内,线性关系良好。

浓度 mg/L	2	5	10	15	20
旋光度 α	0.120	0.325	0.665	1.025	1.345

回归方程为: $C = 14.6\alpha + 0.23796$ $r = 0.999$

2. 样品中麻黄碱的测定 使用 2d 测定管,以蒸馏水为空白,测定呋麻滴鼻剂的旋光度,代入回归方程,求含量 C。

$$\text{盐酸麻黄碱}\% = 10^{-1} \times C\%$$

* 日本卫材株式会社杭州办事处