

荧光分光光度法测定扑尔敏片的含量

沈阳军区后勤部药品检验所(沈阳 110026) 王 锦 毕森林

扑尔敏(马来酸氯苯那敏)片属小剂量片剂,每片含量为4mg,中国药典(90年版)采用紫外分光光度法测定其含量^[1]。有关荧光分光光度法测定扑尔敏的含量,国内外文献尚未见报道。为提高其含量测定方法的灵敏度,本文依据扑尔敏自身荧光现象^[2]设计了荧光分光光度法测定其含量的方法。此法灵敏度高,专属性强、方法简便,现报告如下。

一、仪器与试剂

Shimadzu RF—540 荧光分光光度计。

扑尔敏(北京双桥制药厂 批号920314),

扑尔敏片(上海信谊制药厂 批号870704), 扑尔敏片(沈阳第一制药厂 批号880101, 89030 北京双桥制药厂 批号910804, 3526 厂 批号5800904),扑尔敏对照品(中国药品生物制品检定所提供批号047—8902)。

二、荧光分析条件的选择

1. 扑尔敏荧光光谱扫描 取扑尔敏适量,用0.05mol/l 盐酸液配成约含扑尔敏4.5 μ g/ml的溶液,分别扫描激发光谱和发射光谱,吸收峰波长为Ex265nm, EM440nm (见图1)

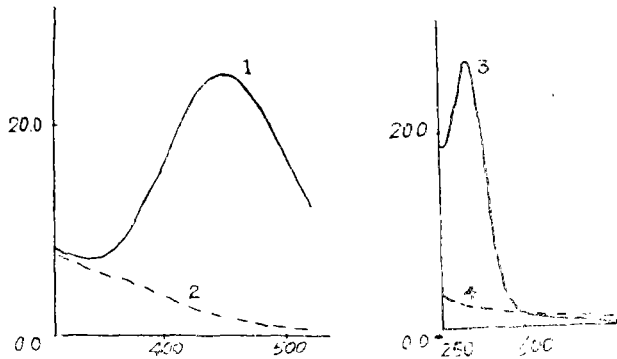


图1 扑尔敏荧光光谱

1. 扑尔敏发射光谱 3. 溶剂发射光谱
2. 扑尔敏激发光谱 4. 溶剂激发光谱

2. 酸度的影响

取扑尔敏用0.05mol/l 盐酸液配成浓度约为20 μ g/ml的溶液,精密量取该液5.0ml置25ml容量瓶中,分别用0.05、0.1、0.5和1.0mol/l 盐酸液稀释至刻度,摇匀,于Ex265nm、Em440nm测定荧光值,结果见图2。

结果表明,随酸浓度增大,荧光强度显著降低。故选用0.05mol/l 盐酸液作溶剂。

3. 荧光的稳定性

取适量扑尔敏用0.05mol/l 盐酸液溶解并稀释成约含扑尔敏4 μ g/ml的溶液在不同时间测定荧光强度,结果表明,荧光强度在3h内基本稳定。

4. 浓度与荧光强度的线性关系

精密称取扑尔敏对照品(105 $^{\circ}$ C 干燥恒重)22.79mg置200ml容量瓶中,加0.05mol/l 盐酸液溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取上

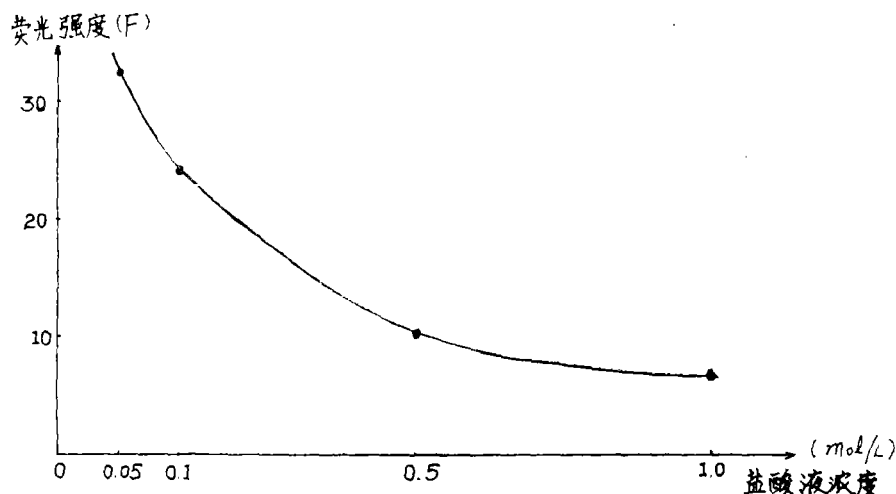


图2 酸度对荧光强度的影响

述溶液 0.50、0.75、1.00、1.25、1.50、1.75 和 2.00ml 置 25ml 容量瓶中，加 0.05mol/l 盐酸液至刻度，摇匀，按下列仪器参数测定荧光强度

横轴：X2 灵敏度：高
纵轴：X8 激发波长(Ex)265nm
狭缝：10nm 发射波长(Em)440nm

表1 浓度与荧光强度的关系

C(μg/ml)	0.2	2.28	3.42	4.56	5.70	6.84	7.98	9.12
F	1.1	18.9	27.1	33.1	40.4	48.4	54.7	62.5

扣除溶剂空白后，经统计学处理，所得直线方程为 $C(\mu\text{g/ml}) = 0.1584F - 0.5779$ 。[相关系数 $r = 0.9995 (n = 7)$]

结果表明，浓度在 2.28~9.12μg/ml 范围内与荧光强度的线性关系良好。

三、回收试验

1. 取扑尔敏约 4mg，精密称定，置 200ml 容量瓶中，按处方量加入赋形剂，加入适量 0.05mol/l 盐酸液振摇，使扑尔敏溶解，用 0.05mol/l 盐酸液稀释至刻度，摇匀、滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 5ml，置 25ml 容量瓶中，加 0.05mol/l 盐酸液至刻度、摇匀，作为供试品溶液；另精密称取经 105℃ 干燥至恒重的扑尔敏对照品适量，加 0.05mol/l 盐酸液溶

解并定量稀释成每 1ml 中约含 4μg 的溶液，作为对照品溶液；照荧光光度法^[3]在激发光波长 265nm 与发射光波长 440nm 处，测定荧光强度，同时作空白校正，计算，结果见表 2。

表2 回收试验

序号	投入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{X} \pm S (%)$
1	3.984	3.972	99.7	
2	4.328	4.350	100.5	
3	4.346	4.381	100.8	100.25 ± 0.509
4	3.971	3.980	100.2	
5	4.003	3.987	99.6	
6	4.119	4.148	100.7	

2. 片剂中赋形剂对测定结果的影响

称取相当于平均片重 1~4 倍的赋形剂 (不含扑尔敏) 同回收率项下操作，测定荧光强度，结果见表 3。

表3 赋形剂对荧光强度的影响

赋形剂加入量 (相当于平均片重的倍数)	0	1	2	3	4
荧光强度(F)	0.1	0.1	0.0	0.1	0.2

结果表明，赋形剂对测定无影响。

四、样品测定

取本品 10 片,精密称定、研细、精密称取适量(约相当于扑尔敏 4mg)置 200ml 容量瓶中,加 0.05mol/l 盐酸液适量,振摇使扑尔敏溶解,并用 0.05mol/l 盐酸液稀释至刻度,摇匀、静置、滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液

5ml 置 25ml 容量瓶中,用 0.05mol/l 盐酸液稀释至刻度,摇匀,照回收率项下的方法操作,测定荧光强度,并与《中国药典》^[4]方法进行比较,结果见表 4。

表 4 荧光法与紫外法的结果比较

批 号	荧光分光光度法(相当于标示量%)	紫外分光光度法(相当于标示量%)
800904	100.89	101.10
870704	99.46	100.23
880101	94.02	94.93
390301	99.06	98.39
910804	94.24	93.78
$\bar{X} \pm S$	97.53 ± 3.18	97.69 ± 3.22

* 中国药典(1990年版)的方法

小结

对五个不同批号扑尔敏的含量进行荧光分光光度法测定,并与紫外法进行了比较,结果基本吻合,灵敏度比紫外法提高近 10 倍。所以荧光分光光度法可以应用于扑尔敏的含量及含量均匀度测定。

参 考 文 献

- [1] [4] 中国药典(二部).1990.54
 [2] 沈克温等.实用药物分离鉴定手册.第一版.北京:人民军医出版社.1986.341
 [3] 中国药典(二部).1990.27(附录)

二阶导数光谱法测定头孢唑肟含量及在四种输液中稳定性考察

成都军区总医院药局(成都 610083) 吴苏澄 刘明蓉 王晓燕

头孢唑肟(Cefitizoxime 简称 CZX)为日本藤沢药品工业株式会社生产的第三代头孢菌素。其抗菌谱广,抗菌力强,安全有效,对革兰氏阳性杆菌感染疗效尤佳,对青霉素族、氨基糖甙类及大环内脂类以及某些头孢素药物不能控制感染时,改用本药仍有效^[1,2]。

国内外对 CZX 研究已有报道^[3~5],本文首

次以二阶导数紫外分光光度法测定 CZX 含量,并于室温下考察了 CZX 在四种输液中的稳定性,结果较为满意。

实 验 部 分

一、主要仪器与试剂

贝克曼 Du-70 紫外可见分光光度计(美国)。

CZX 对照品(日本藤沢药品工业株式会