

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

社生产), CZX 样品 CZX 粉针剂 1g, 批号为 900701、910101、910103 (日本藤沢药品工业株式会社, 西南制药三厂分装)。5% 葡萄糖液 (批号 911118)、10% 葡萄糖液 (批号 920116)、糖盐水 (批号 911207)、生理盐水 (批号 910907), 以上输液均为成都军区总医院药局生产。

二、含量测定

(一) 测定条件选择 对照品溶液配制, 精密称取 25mg CZX 对照品, 加蒸馏水溶解, 配成 500 μ g/ml 溶液备用。精取对照液 5ml, 加水使浓度为 10 μ g/ml, 以蒸馏水为空白, 于 200~700nm 波长范围扫描, 见图 1。紫外

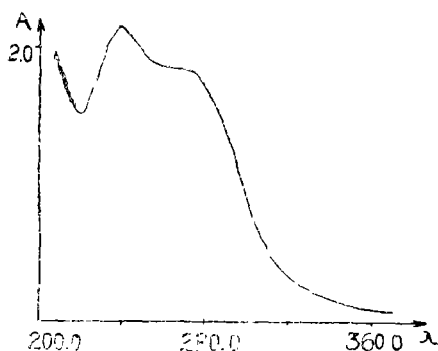


图 1 CZX 紫外吸收图谱

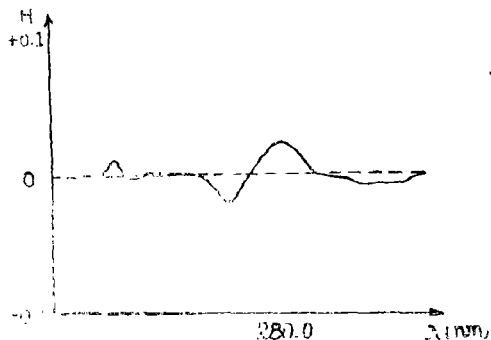


图 2 CZX 二阶导数图谱

图谱显示, 无单一峰存在, 不宜用单波长法定量。通过求二阶导数, 见图 2, 表明在 280.00nm 处二阶导数振幅值(H)为最大, 且可用于定量分析。故测定条件为: 扫描波长范围 250~300nm, $\Delta\lambda$: 8nm, 扫描速度 300nm/min, 中间波长 280.00nm。

(二) 标准曲线测定 精密量取 CZX 贮备液 5、3.75、2.5、1.25、0.5、0.25ml, 加蒸馏水配成 100、75、50、25、10、5 μ g/ml 浓度溶液, 以蒸馏水为空白, 在选定条件下扫描测定, 以 H 值和浓度 C 作线性回归, 得回归方程为: $H = 1.07 \times 10^{-5} + 1.40 \times 10^{-4}C$ $r = 0.99996$ 。在 5~100 μ g/ml 浓度范围内, 线性良好。重复三次测定标准曲线。

(三) 重现性及方法回收率 取适量贮备液, 加蒸馏水, 配成 100、75、50、10、5 μ g/ml 溶液, 于同日及不同日期按前述方法分别测定, 其日内变异系数为 0.32% (n=15), 日间变异系数为 0.57% (n=18)。

回收率 精密量取 CZX 贮备液适量, 各三份, 使标准加入量分别为 100、75、50、25、10、5 μ g, 按前述方法测定, 结果见表 1, 平均回收率为 $99.68 \pm 1.03\%$ (n=18)。

表 1 CZX 方法回收率

加入量(μ g)	测定量(μ g)	回收率(%)	平均值 \pm SD (%·n=18)
5	4.92	98.40	
10	9.85	98.50	
25	24.92	99.69	
50	50.40	100.80	99.68 \pm 1.03
75	75.40	100.53	
100	100.16	100.16	

(四) 含量测定 取 CZX 样品适量, 精密称定, 配成 500 μ g/ml 溶液, 精取 2.5ml, 加蒸馏水配成 50 μ g/ml 溶液, 按前述方法测定, 结果见表 2。

三、四种输液中稳定性考察

精密称取 CZX 贮备液 2.5ml, 分别用 5% 葡萄糖液、10% 葡萄糖液、糖盐水、生理盐水配

表2 CZX含量测定结果

批号	H值	含量(%)	平均值±SD (% n=3)
	0.0071	100.56	
900701	0.0071	100.56	100.56±0.00%
	0.0071	100.56	
	0.0072	101.97	
910101	0.0071	100.56	101.50±0.66
	0.0072	101.97	
	0.0071	100.56	
910103	0.0071	100.56	100.56±0.00
	0.0071	100.56	

成 50 μ g/ml 溶液各 3 份,在室温下测定 0、2、4、6、8、24 小时 CZX 含量,结果见表 3。

结论与讨论

一、本文建立二阶导数分光光度法测定 CZX 含量,并考察室温下 CZX 在四种输液中稳定性。该法线性范围宽,重现性及准确度高,简便易行。CZX 在室温可与 5% 葡萄糖、10% 葡萄糖、糖盐水、生理盐水配伍,24h 内稳定。

二、本文采用二阶导数法定量,由 CZX 紫

表3 CZX在四种输液中稳定性的测定结果(n=3)

时间(h)	5%葡萄糖	10%葡萄糖	糖盐水	生理盐水
0	100.32%	101.28%	100.32%	100.80%
2	99.85%	101.28%	100.87%	100.80%
4	98.89%	101.28%	100.32%	101.75%
6	101.28%	100.89%	100.32%	101.28%
8	96.99%	101.75%	100.32%	100.80%
24	99.37%	101.28%	100.32%	101.75%
平均值±SD	99.45%±1.46	101.29%±0.27	100.40%±0.21	101.20%±0.47

外吸收图谱可知,不宜单波长定量,求一阶导数后,由于输液中杂质影响,且导数光谱峰值不明显,而二阶导数光谱峰值明显,并可消除杂质干扰,故采用二阶导数光谱法定量为好。本文还考察了测定方法的稳定性,按标准曲线项下操作,分别测定了 0、2、4、6、8、24h 时 CZX 的二阶导数振幅值 H,除低浓度 (5 μ g/ml) 于 24h 略有降低外,基本上是恒定的,表明实验所用二阶导数法是稳定可靠的。

参 考 文 献

- [1] 卢华美. 新药与临床, 1991, 10(2): 76
- [2] 崔德健等. 新药与临床, 1991, 10(2): 84
- [3] 李晓涛等. 中国抗生素杂志, 1989, 14(2): 119
- [4] 李晓涛等. 中国抗生素杂志, 1989, 14(6): 425
- [5] Noda K et al. Drug Res, 1930, 39 (II) Nr. 10: 1665.
- [6] Murakawa T et al. Chemother, 1930, 17(?): 157