

表3 土霉素片含量测定

样品批号	样品标示量 (万u/片)	标示量的百分数(%)	
		紫外法	生物法
92060101	25	95.60	94.96
92070701	25	95.36	95.66
92070902	25	97.07	96.28
92071103	25	95.07	95.25

三、讨论

1. 紫外分光光度法测土霉素含量可用于药品进货验收, 这样比生物法简单, 重复性好, 如监测可疑可用生物法验证。

2. 如用于生产过程中的半成品控制, 可与生物法同步, 但此法出结果快, 可使生产很快进入下道工序。

参考文献

- [1] 沈克温等. 实用药物分离鉴定手册. 1986.
[2] 中华人民共和国药典1990年版. 附录116

多波长吸收度比值差法同时测定

复方醋酸洗必泰滴鼻液中两种组分的含量

武汉总医院(武汉 430070)

刘祖雄 石素珍 温广年 张勤

摘要 多波长吸收度比值差法是近年来提出的一种新的计算分光光度法。本文成功地应用该方法选择251nm、257nm和262nm为波长组合, 以257nm为固定波长, 同时测定复方醋酸洗必泰滴鼻液中醋酸洗必泰和盐酸麻黄碱的含量。

关键词 多波长吸收度比值差法 醋酸洗必泰 盐酸麻黄碱

复方醋酸洗必泰滴鼻液是由醋酸洗必泰、盐酸麻黄碱及甘油组成。其中盐酸麻黄碱的含量测定常采用旋光法^[1], 但只能测定其中盐酸麻黄碱一种成分的含量。用紫外分光光度法, 两者吸收光谱互相重叠。为消除干扰, 笔者根据文献^[2]采用多波长吸收度比值差法同时测定醋酸洗必泰和盐酸麻黄碱的含量。操作简便, 结果满意。

一、仪器与试剂

日本岛津UV-260分光光度计; 醋酸洗必泰, 锦州制药厂, 含量99.93%; 盐酸麻黄碱, 赤峰制药厂, 批号881001。醋酸洗必泰、盐酸麻黄碱, 甘油均符合中国药典90版规定; 复方醋酸洗必泰滴耳液, 本院制剂室配制。

二、实验方法与结果

1. 吸收光谱的绘制

分别配制每ml约含醋酸洗必泰2 μ g、盐酸麻黄碱40 μ g及甘油400 μ g的水溶液, 以水为空白, 在220~320nm波长范围内扫描, 测绘各自的吸收光谱见图1。

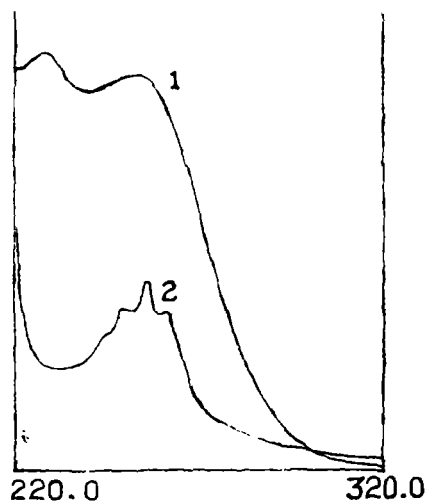


图1 复方醋酸洗必泰滴鼻液紫外吸收光谱图

1-醋酸洗必泰; 2-盐酸麻黄素; 3-甘油

由图1可知,甘油在紫外区无吸收。而余者在250~265 nm 波长范围内吸收度均较大。故选择251nm、257nm、262nm为同时测定两种组分的波长组合,以257 nm 为固定波长。根据 $k_1 = A_{257}/A_{251}$ $k_2 = A_{257}/A_{262}$ 计算 k 值。公式:

$$\Delta A = K_1 A_{251} + K_2 A_{262} - 2 \times A_{257}$$

$\Delta A \propto C$ 。

2. 标准曲线的绘制

(1) 醋酸洗必泰标准曲线的绘制 配制醋酸洗必泰每ml含1,2,3,4,5,6 μ g的系列标准溶液,分别在251、257、262nm 波长处测定吸收度,结果如下表。

表1

醋酸洗必泰吸收度测定结果 (n=5)

浓 度	吸收度			
	$\mu\text{g/ml}$	$A_{251\text{nm}}$	$A_{257\text{nm}}$	$A_{262\text{nm}}$
1		0.056	0.057	0.053
2		0.101	0.101	0.093
3		0.147	0.146	0.133
4		0.192	0.190	0.174
5		0.238	0.235	0.214
6		0.283	0.278	0.254
回归方程	$C = 21.909A - 0.228B$	$C = 22.565A - 0.2872$	$C = 24.840A - 0.3029$	
	$r = 0.9999$	$r = 0.9999$	$r = 0.9999$	

以上各溶液在各自的测定波长均呈良好的线性关系,但测定波长的位置与盐酸麻黄碱均在吸收度较大区域,故采用多波长吸收度比值差法测定。

K值的测定和计算:配制不同浓度的盐酸麻黄碱,分别按上述选定的波长测定吸收度,计算 $K_1 = \frac{A_{257}}{A_{251}} = 1.139$ (n=5, cv = 0.34%), $K_2 = \frac{A_{257}}{A_{262}} = 1.200$ (n=5, cv = 37%)。所以醋酸洗必泰溶液的 $\Delta A =$

$1.139 A_{251} + 1.2 A_{262} - 2 A_{257}$ 。按此公式计算表1中系列溶液的 ΔA ,以 ΔA 和浓度 C 进行回归得直线方程: $C = 89.499 \Delta A - 0.1918$ ($r = 0.9998$)……① 表明醋酸洗必泰溶液在 1~6 $\mu\text{g/ml}$ 浓度范围内与 ΔA 呈良好的线性关系。

(2) 盐酸麻黄碱标准曲线的绘制 配制盐酸麻黄碱每ml 20,40,60,80,100,120 μg 的系列标准溶液,分别在251,257,262nm 波长处测定吸收度,结果见表2。

表2 盐酸麻黄碱吸收度测定结果

浓 度 μg/ml	吸收度		
	A _{251nm}	A _{257nm}	A _{232nm}
20	0.037	0.039	0.034
40	0.052	0.058	0.049
60	0.068	0.078	0.065
80	0.083	0.097	0.080
100	0.099	0.116	0.095
120	0.115	0.135	0.110
回归方程	C = 1281.89A - 26.996 (r = 0.9999)	C = 1040.05A - 20.658 (r = 0.9999)	C = 1313.19A - 24.768 (r = 0.9999)

以上各溶液在各自的测定波长处均呈良好的线性关系,且测定波长的位置与醋酸洗必泰均在吸收度较大区域,故采用多波长吸收度比值差法测定。

K值的测定和计算。配制不同浓度的醋酸洗必泰,分别按上述选定的波长测定吸收度。计算 $K_1 = \frac{A_{257}}{A_{251}} = 0.997$ (n = 5, cv = 0.43%), $K_2 = \frac{A_{257}}{A_{262}} = 1.091$ (n = 5, cv = 0.42%)求 ΔA 值,以 ΔA 和浓度C进行回

归得直线方程: $C_{麻} = -3175.29 \Delta A + 5.9866$ (r = 0.9998)。……②表明酸盐麻黄碱溶液在20~120 μg/ml的浓度范围内与 ΔA 呈良好的线性关系。

3. 回收率试验

按处方比例精密称取醋酸洗必泰、盐酸麻黄碱与甘油适量,配制成模拟样品溶液。分别测定上述选定波长的吸收度,求 ΔA 值,代入回归方程①式和②式,分别求得醋酸洗必泰和盐酸麻黄碱的含量,计算回收率。结果见表3。

表3 回收率试验测定结果

序 号	醋酸洗必泰			盐酸麻黄碱		
	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	1.11	1.12	100.90	22.26	22.18	99.64
2	2.23	2.24	100.45	44.52	44.43	99.80
3	3.34	3.34	100.00	66.78	66.86	100.12
4	4.45	4.47	100.45	89.04	89.11	100.08
5	5.57	5.56	99.82	111.30	111.43	100.12
$\bar{X}(\%)$			100.32			99.95
cv(%)			0.43			0.21

4. 样品测定

精密量取本品1ml于100ml容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,使样品溶液含盐酸麻黄碱100 μg/ml,醋酸洗必泰5 μg/ml。分

别测定上述选定波长处的吸收度,求 ΔA ,代入回归方程①式和②式,求含量,结果见表5。

表5 样品测定结果(n=5)

批号	标示量 (%)	
	醋酸洗必泰	盐酸麻黄碱
940321	99.77	99.63
940322	99.57	99.50
940324	95.60	96.48

三、讨论

1. 实验证明,两组分的吸收度在6小时内均稳定。醋酸洗必泰不耐热,不宜加热溶解。

2. 本法操作简单,样品不经分离,直接在所选定的三个波长处测定吸收度,便可计算两组分的含量。

3. 多波长吸收度比值差法是一种新的计算分光光度法,波长组合的选择是本法合理应用的关键。该法选点相对较少(3点以上),测定波长数目可根据两者吸收光谱的相似程度和重叠情况。为了减少误差,测定波长的位置宜选在两者吸收度较大区域。

4. 在测定盐酸麻黄碱时,计算 ΔA 时,其值为负值,但不影响测定结果。醋酸洗必泰遇碱、肥皂及洗衣粉等其作用受影响,在配制和使用时要注意。

参考文献

- [1] 中国人民解放军总后勤部卫生部编. 中国人民解放军医疗单位制剂规范. 1993版. 北京:人民军医出版社. 340
- [2] 徐本明等. 药学报, 1989; 24(5): 360

双波长分光光度新算法测定诺氟沙星葡萄糖 注射液中诺氟沙星的含量

湖北黄冈地区第一人民医院(黄州 436100) 张广求
湖北黄梅卫生材料厂(黄梅 436501) 宛呈雄

摘要 本文应用双波长分光光度新算法以0.1mol/L盐酸为溶媒,不经分离,直接测定诺氟沙星葡萄糖注射液中诺氟沙星的含量,可消除葡萄糖的分解产物5-羟甲基糠醛对诺氟沙星含量测定的干扰,方法简便可靠,结果满意。平均回收率为100.3%, RSD=0.37%(n=5)

关键词 诺氟沙星葡萄糖注射液 双波长分光光度法 含量测定

诺氟沙星(Norfloxacin, INN)是第三代喹诺酮类抗菌药物,抗菌谱广,对革兰氏阴性杆菌具有高度活性,对金黄色葡萄球菌有较好抗菌活性,对其它革兰氏阳性球菌也有一定抗菌作用。胡昌良等^[1]对诺氟沙星注射液进行了研制并考察了其稳定性。笔者发现,葡萄糖的分解产物5-羟甲基糠醛(5-

HMF)对诺氟沙星的含量测定有干扰,张丽如等^[2]采用二阶导数分光光度法在294.0nm波长测定二阶导数振幅值计算诺氟沙星含量。本文应用双波长分光光度新算法^[3],直接测定诺氟沙星的含量,可有效、地消除5-HMT的干扰,方法简便可靠,结果满意。

一、原理

在选定的两个波长 λ_1 、 λ_2 测定时,待测组分和干扰组分的吸收度值分别以 A_1^0 、 A_2^0 和 A_1^1 、 A_2^1 表示,由于干扰组分的影响,在 λ_1 、 λ_2 处测得吸收度值 A_1 、 A_2 是待测组分和干扰组分的混合吸收度值,则 $\Delta A = A_1 - A_2$ 根据双波长法测定依据: $A_1^0 = A_2^0$, 则

$$\Delta A = A_1 - A_2 - (A_1^1 - A_2^1)$$