

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 $\Delta A$ 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<sup>[1]</sup>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<sup>[2]</sup>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<sup>[3]</sup>,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 $\lambda_1$ 、 $\lambda_2$ 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 $\lambda_1$ 、 $\lambda_2$ 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

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

$$= (A_1 - A_1^0) - (A_2 - A_2^0)$$

$$= A_1^0 - A_2^0$$

设  $K = A_2^0/A_1^0$

则  $A_1 - A_2 = A_1^0 - KA_1^0$

$A_1^0 = (A_1 - A_2)/(1 - K)$

二、仪器与试剂

紫外分光光度计, 751G型、53W<sub>2</sub>型(上海分析仪器厂)。诺氟沙星(山西太原制药厂); 诺氟沙星对照品(诺氟沙星原料经正丙醇重结晶2次制得, 按非水法<sup>[4]</sup>测得含量为99.93%); 诺氟沙星葡萄糖注射液(市售); 葡萄糖、盐酸均为分析纯。

三、实验方法和结果

1. 测定条件的选择 精密称取在105℃干燥至恒重的诺氟沙星对照品150mg, 置100ml量瓶中, 用少量水湿润, 加1→10醋酸3ml轻摇使溶, 加0.1mol/L盐酸至刻度, 摇匀, 即得1.5mg/ml浓贮备液, 备用。称取葡萄糖适量配成5%葡萄糖溶液, 灭菌备用。取诺氟沙星及5%葡萄糖贮备液适量, 用0.1mol/L盐酸稀释成30μg/ml、15μg/ml,

以0.1mol/L盐酸为空白, 在200~320nm波长范围内测定诺氟沙星、葡萄糖的分解产物5-HMF的紫外吸收光谱。结果显示, 诺氟沙星在277nm波长处有最大吸收, 与文献<sup>[4]</sup>一致, 5-HMF在282.5nm<sub>2</sub>波长处有最大吸收。选择诺氟沙星的最大吸收波长λ<sub>1</sub> = 277.0nm为测定波长, 5-HMF在此波长处亦有吸收。固定测定波长λ<sub>1</sub>, 用3种不同浓度的5-HMF分别测定吸收度值, 选出5-HMF的等吸收波长为287.0nm。

2. K值、A<sub>1</sub><sup>0</sup>值的计算及线性关系试验 精密量取诺氟沙星贮备液10ml, 置100ml量瓶中, 加0.1mol/L盐酸至刻度, 摇匀; 用0.1mol/L盐酸分别配制成1.5、3.0、4.5、6.0、7.5μg/ml的溶液, 在277.0nm和287.0nm波长处测定吸收度, 结果见表1。

回归方程为  $c(\mu\text{g/ml}) = 7.746 A_1^0 - 0.1045$ ,  $r = 0.9999$  ( $n = 5$ )。在1.5~7.5μg/ml浓度范围内, A<sub>1</sub><sup>0</sup>与浓度线性关系良好, 符合比耳定律。

表1 不同浓度诺氟沙星在双波长处测定值

诺氟沙星 (μg/ml)	A <sub>1</sub> (277.0nm)	A <sub>2</sub> (287.0nm)	A <sub>1</sub> <sup>0</sup> (277.0nm)	K	$\bar{K}$
1.5	0.210	0.129	0.210	0.614	
3.0	0.400	0.241	0.404	0.603	
4.5	0.588	0.356	0.586	0.604	0.607
6.0	0.790	0.479	0.792	0.607	
7.5	0.983	0.592	0.983	0.602	

3. 稳定性试验 取上述3.0、4.5、6.0μg/ml三种浓度的溶液, 在室温、自然光照条件下, 分别于0、4、8、12、24h测定, 其吸收度几乎无变化。

4. 回收率试验 依照诺氟沙星葡萄糖注射液处方配制已知诺氟沙星准确投入量的模拟溶液, 精密量取5ml, 置100ml量瓶中, 加0.1mol/L盐酸至刻度, 摇匀; 精密量取

3ml, 置100ml量瓶中, 加0.1mol/L盐酸至刻度, 摇匀。分别在277nm、287nm波长处测定吸收度, 代入回归方程, 计算回收率为100.3%, RSD = 0.37%, n = 5。

5. 样品测定 精密量取诺氟沙星葡萄糖注射液1ml, 照“回收率试验”项下方法测定吸收度, 计算含量, 并与单波长法<sup>[6]</sup>进行比较, 结果见表2。

表2 样品测定结果(n=3)

样品号	标示量(%)	
	单波长法( $\bar{X} \pm SD$ )	双波长法( $\bar{X} \pm SD$ )
1	100.7 $\pm$ 0.17	100.3 $\pm$ 0.20
2	101.9 $\pm$ 0.28	101.2 $\pm$ 0.23
3	100.3 $\pm$ 0.24	99.8 $\pm$ 0.0
4	102.4 $\pm$ 0.19	102.1 $\pm$ 0.16

#### 四、讨论

1. 诺氟沙星葡萄糖注射液中,葡萄糖的分解产物 5-HMF 的量受多种因素(如灭菌的压力、温度、时间,溶液的 pH 值,贮存时间等)影响,不同批号 5-HMF 量不同,导致其对诺氟沙星含量测定的干扰程度亦不同,本文用双波长分光光度新算法,不经分离,直

接测定诺氟沙星的含量,有效地消除 5-HMF 的干扰。

2. 本法简便快速,以 0.1mol/L 盐酸为溶剂,吸收波长和吸收度都较稳定,测定结果准确可靠,适于该制剂的定量。

3. 本文所作工作方程在不同仪器、不同工作条件下可能有所不同,需另行校测。

#### 参考文献

- [1] 胡昌良等. 中国药学杂志,1991,26(5):278
- [2] 张丽如等. 华西药学杂志,1993,8(3):179~180
- [3] 林峰等. 中国药学杂志,1990,25(3):161~162
- [4] 中国药典(二部). 1990. 601
- [5] 柏干荣等. 中国医院药学杂志,1993, 13(2): 7~73

## 紫外分光光度法测定双氯灭痛滴眼液的含量

湖北医科大学附一院药学部(武汉 430060) 潘细贵 王者芬 尹武华

**摘要** 本文采用紫外分光光度法测定了双氯灭痛滴眼液的含量,方法简便迅速,回收率高,重现性好

**关键词** 双氯灭痛 滴眼液 含量测定 紫外分光光度法

双氯灭痛(Diclofenac Sodium)是一种非甾类消炎镇痛药,国外已研制双氯灭痛滴眼液并用于临床,主要治疗结膜炎、角膜炎、巩膜炎等国内尚未见有关报道,笔者根据临床需要配制了双氯灭痛滴眼液,并用紫外分光光度法测定双氯灭痛滴眼液的含量,取得满意效果,兹将结果报告如下。

#### 1 仪器与试剂

UV-265(日本岛津),UV-260(日本岛津),LIV-2201(日本岛津),UV-751G,(上海分析仪器厂),UV-751GA(上海分析

仪器厂)。

双氯灭痛对照品及原料(湖北潜江制药厂提供),双氯灭痛滴眼剂(本院制剂室生产),pH7.8 磷酸盐缓冲液按中国药典(90版)二部附录173页配制。

其它试剂均为AR。

#### 2 方法及结果

2.1 测定溶剂及波长的选择 精密称取干燥至恒重的双氯灭痛对照品 0.0500g,于 100 ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度即得 500 $\mu$ g/ml 的标准液。再分别吸取 2.0ml 至 100 ml 量瓶中,分别以蒸馏水,0.01 mol/L NaOH,pH7.8 磷酸盐缓冲液,无水乙醇配成 10 $\mu$ g/ml 的溶液于 UV-265 上 200-400nm 范围内扫描(图 1)结果表明:以蒸馏水,0.01mol/L NaOH,pH7.8 磷酸盐缓冲液为