

效果。实验表明,乙醇每增加5%,溶出量则增加14%左右。

3.3 试验表明5个厂家生产的尼群地平片60min累积溶出度相差较大,A厂和D厂的产品达到90%以上,B厂的产品为70%以上,而C厂和E厂的产品则达不到70%,建议溶出度较

低的厂家酌情改进生产工艺。

参考文献

- 1 中国药典 1995年版,二部,1995.附录66
- 2 中华人民共和国卫生部药品标准.1996,新药转正标准,第七册.95
- 3 中国药典 1995年版(二部).1995.193

(收稿:1998-12-31)

氟哌酸胶囊溶出度测定方法的试验

王艳萍 刘福强 王伟东 刘 革(解放军第208医院 长春 130062)

摘要 目的:探讨紫外分光光度法测定氟哌酸胶囊含量的条件、方法和氟哌酸胶囊溶出度的测定。方法:用紫外分光光度法测定氟哌酸胶囊含量及转篮法测定其溶出度。结果:在273nm波长处有最大吸收(5 μ g/ml,0.4%氢氧化钠溶液),其吸收系数平均值($E_{1cm}^{1\%}$)为1095,线性关系良好($r=0.9998$)。20min溶出率(%)均在80%。结论:氟哌酸胶囊含量测定可采用紫外分光光度法,简便易行,快速准确。同时可用于氟哌酸胶囊溶出度测定。

关键词 氟哌酸;溶出度;紫外分光光度法

Study on the method of dissolution test of norfloxacin Capsule

Wang Yanping, Liu Fuqiang, Wang Weidong, Liu Ge(208th Hospital, Changchun 130062)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To study the condition and method using UV- spectrophotometry for determining the concentration and dissolution of Norfloxacin capsule. **METHODS:** The concentration of Norfloxacin capsule was detected by UV- spectrophotometry and the dissolution was detected by rotation basket method. **RESULTS:** The biggest absorption was at 273nm wavelength(5 μ g/ml, 0.4% NaOH solution). The average absorption coefficient ($E_{1cm}^{1\%}$) is 1095, And the linear relationship was good ($r=0.9998$) In 20minutes, the dissolution rates were 80%. **CONCLUSION:** The concentration of Norfloxacin can be detected by UV- spectrophotometry, it's convenient and rapid. It can also be used to detect the dissolution of Norfloxacin capsule.

KEY WORDS norfloxacin capsule, UV- Spectrophotometry, dissolution

氟哌酸(Norfloxacin)是喹诺酮类抗菌药物,一般认为它作用于DNA旋转酶的A亚单位,影响DNA的合成复制而引起细菌死亡。临床主要用于泌尿系统和消化系统感染,应用较为广泛。

氟哌酸胶囊的溶出度测定,目前国内尚无规定,国外药典仅USPXX III版收载有氟哌酸片的溶出度测定。同时中国药典九五年版对吡哌

酸片和胶囊规定了溶出度的测定。本试验参照该方法,用3台分光光度计分别测定了氟哌酸对照品的吸收数据,经数理统计确定了 $E_{1cm}^{1\%}$ 值,并对不同厂家的氟哌酸胶囊进行了溶出度测定和比较。

1 仪器和试剂

ZRS-4智能溶出试验仪(天津大学无线电厂);惠普HP-8452A紫外分光光度计(美国惠

普公司); UV-754 分光光度计(上海分析仪器厂); UV-7550 分光光度计(上海分析仪器厂); 氟哌酸对照品(中国药品生物制品检定所提供); 氟哌酸胶囊(市售品,规格 0.1g/粒)。

2 含量测定

2.1 紫外吸收光谱

精密称取氟哌酸对照品适量,用 0.4% 氢氧化钠液制成 5 μ g/ml 溶液,以溶剂为空白,在波长 200~400nm 的范围内扫描,绘制吸收光谱曲线。氟哌酸对照品在 273nm 波长处有最大吸收。故选择 273nm 为测定波长。

2.2 吸收系数的测定

精密称取氟哌酸对照品 10mg 置 50ml 量瓶中,用 0.4% 氢氧化钠液溶解并稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取上述稀释液 5ml 和 7ml 置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液稀释至刻度,摇匀。在 273nm 波长处,用 3 种不同型号的分光光度计测定吸收度,求出吸收系数,3 台平均值($E_{1cm}^{1\%}$)为 1095。

2.3 稳定性试验

取氟哌酸对照品及原料适量,分别加 0.4% 氢氧化钠溶液制成每 ml 约含 5 μ g 的溶液,在 273nm 波长处立即测定与在室温下放置 2、4、6 及 24h,分别测定其吸收度,结果无变化。

2.4 辅料对测定的影响

按处方中含主要辅料(淀粉)最高量计算,模拟含量及溶出度测定时的浓度,分别制备成溶液,在 273nm 波长处测定吸收度。以 0.4% 氢氧化钠溶液为溶剂时,辅料在测定波长有极小吸收,可忽略不计。

2.5 线性关系

精密称取氟哌酸对照品 20mg 置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液溶解并稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取上述稀释液 0.25、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 和 3.0ml 置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液稀释至刻度,摇匀。以 0.4% 氢氧化钠液为空白,在 273nm 波长处测定吸收度,得回归方程($n=4$):

$$C = 9.1921A - 0.006565, r = 0.9998$$

2.6 回收率试验

精密称取氟哌酸原料 20mg、淀粉 28mg 混匀置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液溶解并稀释至刻度,摇匀。过滤,精密吸取续滤液 5ml 置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液稀释至刻度,摇匀。在 273nm 波长处测定吸收度,按吸收系数值求回收率,结果 3 份平均回收率为 99.5%,标准差为 0.65。

2.7 胶囊的含量测定

取氟哌酸胶囊 20 粒,内容物研细,精密称取适量(约相当于氟哌酸 25mg)置 250ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤,弃去初滤液,精密吸取续滤液 1.00ml 置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液稀释至刻度,摇匀,在 273nm 波长处测定吸收度,按吸收系数($E_{1cm}^{1\%} = 1095$)计算含量。结果见表 1。

表 1 四个厂家各一批样品含量测定比较(%)

批号	分光光度法	非水确定法
980622	93.60	93.68
980106	95.70	95.66
980209	100.01	100.25
940906	100.02	100.24

3 溶出度测定

取本品 6 粒,照溶出度测定法(中国药典九五年版二部附录 66 页第一法),以盐酸溶液(稀盐酸 24ml \rightarrow 1000ml)900ml 为介质,转速为 100r/min,依法操作,分别于 5、10、15、20、30、40min 时取溶液 10ml(立即补充介质 10ml),滤过,精密吸取续滤液 2.5ml 置 50ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液稀释至刻度,摇匀,照分光光度法(中国药典九五年版二部附录 18 页),在 273nm 波长处测定吸收度,按 $C_{16}H_{18}N_3O_3F$ 吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 1095 计算每粒的溶出度,并绘制溶出曲线。结果见图 1。

4 氟哌酸胶囊溶出度测定结果

用 ZRS-4 智能溶出仪,采用转篮法,水浴温度为(37 \pm 0.5) $^{\circ}C$,转速为 100r/min,以盐酸溶液(稀盐酸 24ml \rightarrow 1000ml)900ml 为介质,取氟哌酸胶囊 6 粒,按中国药典(九五年版二部附录 66 页)第一法,于 20min 时取样 10ml,滤过,精密吸取续滤液 2.5ml 置 50ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠液稀释至刻度,摇匀,照分光光度法

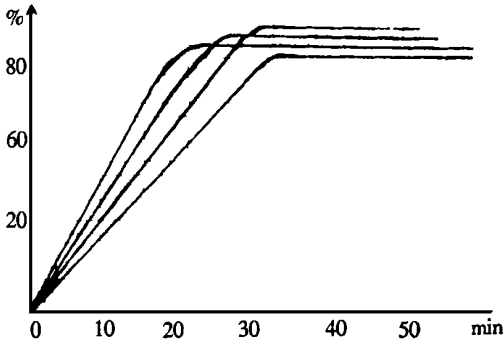


图1 溶出曲线

表2 氟哌酸胶囊溶出度(%)测定结果

批号	1	2	3	4	5	6	平均溶出量
980622	80.20	84.27	79.21	88.67	86.06	77.26	82.61
980106	79.22	81.91	73.35	83.94	82.48	95.36	82.71
980209	93.65	94.50	95.20	91.89	94.65	92.80	93.78
940906	86.23	92.45	92.91	89.98	98.29	91.44	90.38

氟哌酸在水中微溶,为更好地控制本品的生物利用度,拟增加溶出度检查。用 $E_{1cm}^{1\%}$ 值法计算溶出量,比用对照品法更方便。本品的溶出量在20min内随溶出时间而上升,20min后溶

出缓慢,趋于平稳,因此根据上述四批样品测定结果建议,取20min作为测定时间,溶出限度定为80%。

(收稿:1999-03-10)

(上接第220页)

表2 对巴比妥钠睡眠时间的影响

组别	给药种类	动物只数	平均睡眠时间(min)	标准偏差(SD)
1	酸枣根煎液	10	185	40
2	生酸枣仁煎液	10	164	46
3	炒酸枣仁煎液	10	170	41
4	同剂量生理盐水	10	83	41

结果表明,1、2、3组分别与第4组存在极显著性差异, $P < 0.001$;前三组之间不存在显著性差异($P < 0.05$)。

3 讨论

实验发现,3个给药组灌胃后,其小鼠活动量皆明显减少,且实验结果表明,酸枣根、生酸枣仁、炒酸枣仁都能增加阈下剂量巴比妥钠的小鼠睡眠个数,明显延长巴比妥钠的睡眠时间;酸枣根煎液与生、炒酸枣仁煎液对其作用在程度上有所不同,但并无显著性差别,肯定了酸枣

根的镇静催眠作用。至于酸枣根与生、炒酸枣仁对睡眠质量的影响,以及酸枣根在组成上与酸枣仁的异同等,尚需进一步研究。

参考文献

- 1 丘明明,黎有新. 酸枣仁研究近况. 中医药研究, 1995, 4: 60
- 2 孙守祥,胡成俊. 酸枣仁药用历史沿革及炮制研究. 中药材, 1993, 16(9): 25
- 3 时振洲,刘树威,秦葵. 酸枣树根催眠作用的实验研究. 现代应用药学, 1995, 12(4): 16

(收稿:1999-03-09)