

紫外分光光度法测定氧氟沙星滴眼液的含量

黄波* 李健和 许树梧 吴世良*

(湖南医科大学附二院, 长沙 410011)

摘要 紫外分光光度法测定氧氟沙星滴眼液中氧氟沙星的含量, 以0.1 mol/L醋酸为溶剂, 测定波长293 nm, 吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为876, 测得平均回收率为99.9%, $CV=0.36\%$ ($n=5$)。滴眼液附加剂对测定无干扰。

关键词 氧氟沙星 滴眼液 紫外分光光度法

氧氟沙星(Ofloxacin)又名氟嗟酸, 其滴眼液已由日本参天制药株式会社生产上市, 它比传统的抗生素滴眼液具有更广阔的抗菌谱及更强的杀菌力, 且少有耐药菌产生, 其用途已被临床认可。该原料药和片剂的含量测定, 各国药典未见收载, 国内生产厂家采用电位滴定法测定, 但此法难适于滴眼液的含量测定。本文采用紫外分光光度法测定氧氟沙星滴眼液的含量, 方法简便可靠, 结果满意。

1 仪器与试药

紫外分光光度计: 岛津 UV-2100型(日本岛津制作所), 53W型(上海兴达数字仪器厂), 751G型、751GW型、753W型(上海分析仪器厂)。

氧氟沙星原料药: 江苏昆山制药总厂。氧氟沙星对照品: 原料药用酸、碱处理的方法精制三次, 并经电位滴定法测得含量为99.8%。氧氟沙星眼药水: 湖南医科大学附二院药剂科试制。盐酸、醋酸、氢氧化钠均为分析纯。

2 溶剂选择

取适量氧氟沙星对照品分别用浓度均为

0.1 mol/L的盐酸、醋酸、氢氧化钠为溶剂溶解稀释, 再分别于190~450 nm之间进行扫描。结果以0.1 mol/L盐酸和0.1 mol/L醋酸为溶剂的吸收曲线基本一致, 紫外吸收峰尖而高; 以0.1 mol/L氢氧化钠为溶剂时, 吸收曲线发生移动, 吸收峰稍低。本文确定以0.1 mol/L醋酸为测定溶剂。

3 溶液制备及波长选择

3.1 对照品溶液的制备 精密称取105℃干燥至恒重的氧氟沙星对照品50 mg, 置250 ml容量瓶中, 用0.1 mol/L醋酸溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3.2 供试品溶液的制备 精密量取供试品1.0 ml, 置250 ml容量瓶中, 用0.1 mol/L醋酸定容至刻度, 摇匀。

3.3 基质溶液的制备 依照处方, 配制不含氧氟沙星的滴眼液适量, 再按供试品溶液的制备方法制备。

3.4 紫外吸收光谱 取对照品溶液(0.2 mg/ml)适量用0.1 mol/L醋酸稀释成12 μg/ml氧氟沙星的溶液, 并与供试品溶液和基质溶液一起, 以0.1 mol/L醋酸为空白, 分别在岛津 UV-2100型紫外分光光度计上扫

*黄波, 男, 29岁, 1985年毕业于江西中医学院药学专业, 主管药师。

*吴世良, 湘潭纺织印染厂职工医院

描, 所得吸收光谱见附图。

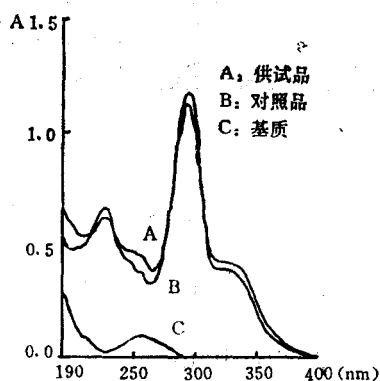


图 紫外扫描吸收光谱曲线

从图上可知, 对照品与供试品的吸收曲线基本一致, 在 227 ± 1 nm、293 nm 及 326 ± 1 nm(肩)有吸收峰, 其中以293 nm 处吸收峰的波长适中, 吸收强度较大, 且溶媒及辅料在此附近未见有干扰吸收, 故确定293 nm 为测定波长。

4 标准曲线的绘制

取上述对照品溶液(0.2 mg/ml)适量, 用 0.1 mol/L 醋酸分别稀释成 2、4、6、8、12、16 $\mu\text{g/ml}$ 的溶液, 以 0.1 mol/L 醋酸为空白, 于 292 nm 处测定其吸收度, 绘制标准曲线并求出回归方程为 $C = 0.1275 + 11.24A$, $r = 0.9999$ 。在 2~16 $\mu\text{g/ml}$ 浓度范围内吸收度与浓度线性关系良好, 符合比耳定律。

5 稳定性试验

取上述浓度分别为 4 $\mu\text{g/ml}$ 和 8 $\mu\text{g/ml}$ 的对照品溶液及供试品溶液分别在 0、2、4、8、24、48 h 后测定, 其吸收度几乎无变化(室温不避光条件下)。

6 吸收系数测定

取上述浓度为 4 $\mu\text{g/ml}$ 和 8 $\mu\text{g/ml}$ 的对照品溶液各二份, 分别在五种不同型号的分光光度计上测定 293 nm 处的吸收度, 计算吸收系数 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$), 结果见表 1。

表1 吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$, $\lambda_{\text{max}} = 293\text{nm}$)测定

	UV-2100	53W	751G	751GW	753W
稀溶液	877.5	868.0	880.0	878.8	875.0
浓溶液	878.1	868.8	881.3	878.4	877.5
$\bar{x} \pm s$	876.3 $\pm$ 4.5				
CV(%)	0.51				

7 回收率试验

依照氧氟沙星滴眼液处方配制已知氧氟沙星准确投入量的试样溶液, 在 293 nm 处测定吸收度, 分别用上述回归方程和吸收系数 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$) 876 计算回收率, 结果见表 2。

表2 回收率的测定结果

投入量 ($\mu\text{g/ml}$)	回归方程法		吸收系数法	
	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)
9.70	9.65	99.5	9.68	99.8
11.02	10.99	99.7	11.04	100.2
12.26	12.13	98.9	12.18	99.3
13.04	12.98	99.5	13.05	100.1
14.29	14.20	99.4	14.29	100.0
平均回收率(%)		99.4		99.9
CV(%)		0.30		0.36

8 样品测定

取不同批号的试制滴眼液, 按供试品溶液制备方法制备, 在 293 nm 处测定吸收度, 按氧氟沙星 $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{FN}_3\text{O}_4$ 的吸收系数 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$) 为 876 计算含量。结果见表 3。

表3 样品含量测定结果(标示量%)

批号	含量 (%)
920530	105.6
920828	105.4
921112	101.7

9 讨论

由于溶剂效应的影响, 化合物在不同溶液中的紫外吸收光谱(如吸收波长、吸收强度、光谱形状)往往有所差异。氧氟沙星以

0.1 mol/L 盐酸和 0.1 mol/L 醋酸为溶剂的吸收曲线基本一致, 而以 0.1 mol/L 氢氧化钠为溶剂时, 吸收峰紫移且吸收强度有所降低。

本法简便快速, 以 0.1 mol/L 醋酸为溶剂, 吸收波长与吸收度都较稳定, 测定波长处滴眼液附加剂对测定无干扰, 测定结果较准确, 适用于医院制剂的含量测定。

Determination of Content for Ofloxacin Eye Drops by Ultraviolet Spectrophotometry

Huang Bo, Li Jianhe, Xu Shuwu, Wu Shiliang

(The Second Affiliated Hospital of Hunan Medical University, Changsha, 410011)

Abstract This article reported determination of content for ofloxacin eye drops by ultraviolet spectrophotometry. The solvent was 0.1 mol/L acetic acid, the wavelength of determination was 293 nm, the specific extinction coefficient ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$) was 876, the average rate of recovery was 99.9%, the coefficient of variation (CV) was 0.36% ($n=5$). The additament of ofloxacin eye drops didn't disturb this determination.

Key words Ofloxacin Eye drops Ultraviolet spectrophotometry