

一阶导数光谱法测定环胞苷滴眼液的含量

范晓萍* (浙江湖州市第一医院, 湖州 313000)

戴其昌 (浙江省湖州市药检所, 湖州 313000)

摘要 用一阶导数光谱法测定环胞苷滴眼液的含量,可消除尼泊金乙酯的干扰,操作简便,回收率为99.9%, CV=0.39%。

关键词 一阶导数光谱法 环胞苷滴眼液 含量测定

环胞苷滴眼液临床应用较广泛,但《浙江省医院制剂规范》未建立含量测定方法,不利于该制剂的质控。因直接用紫外分光光度法不能消除尼泊金乙酯的干扰,我们设计了一阶导数光谱法可直接测定环胞苷滴眼液的含量,方法简便。

1 仪器和试剂

UV-265FW 分光光度计。盐酸环胞苷(符合药用规格);尼泊金乙酯(上海联合香料厂生产);环胞苷滴眼液(处方按浙江省医院制剂规范,加尼泊金乙酯0.03%)。

2 测定条件的选择

精密称取盐酸环胞苷、尼泊金乙酯适量,分别配成10、6 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度。在200~300 nm 波长范围内绘制零阶吸收光谱(图1)和一阶导数光谱(图2)。从图1可见,在盐酸环胞苷的最大吸收峰260 nm处,尼泊金乙酯亦有吸收,对盐酸环胞苷的直接测定有干扰。从图2可见,盐酸环胞苷的一阶导数光谱在200~300 nm 波长内有一波峰(249 nm)及一波谷(234 nm),而尼泊金乙酯的一阶导数光谱与零线重合,故可直接测定环胞苷的含量。用峰一谷法^[1]即以249 nm 波峰和234 nm 波谷的振幅值D作为定量依据测定。一阶导数光谱参数:波长间隔 $\Delta\lambda = 2 \text{ nm}$,振幅范围 ± 0.3 。

3 标准曲线制备

精密称取干燥品盐酸环胞苷50 mg,置200 ml量瓶中,加0.01 mol/L 盐酸稀释至刻度,摇匀。分别精密量取1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ml 置50 ml

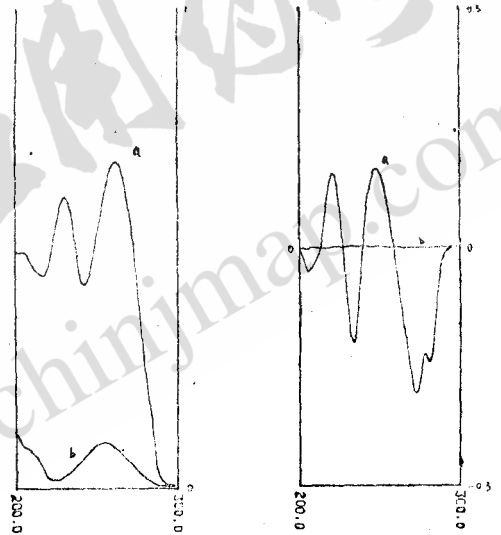


图1 零阶吸收光谱 图2 一阶吸收光谱

a. 盐酸环胞苷

b. 尼泊金乙酯

量瓶中,用0.01 mol/L 盐酸稀释至刻度,摇匀。用0.01 mol/L 盐酸为空白,依法绘制一阶导数光谱,测得249 nm 波峰与234 nm 波谷的振幅值D,求得关于浓度C的回归方程为: $D = 0.0125c - 0.0014$ $r = 0.9995$ 。实验证明:在浓度5~25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内,盐酸环胞苷线性关系良好。

4 回收率试验

按处方比例,模拟配制滴眼液。按标准曲线项下操作,结果见表1。

* 范晓萍,女,31岁。1984年毕业于浙江医科大学药系。

表1 回收率试验结果

编 号	加 入 量 (mg)	测 得 量 (mg)	回 收 率 (%)
1	50.19	50.42	100.46
2	50.67	50.54	99.74
3	49.90	49.82	99.84
4	51.02	51.10	100.16
5	50.31	50.04	99.46
$\bar{x} \pm s$	99.93 $\pm$ 0.39		CV = 0.39%

5 样品测定

取环胞苷滴眼液 1 ml 置 50 ml 量瓶中, 加 0.01 mol/L 盐酸稀释至刻度, 摇匀, 按标准曲线项下操作, 结果见表 2。

6 讨论

用一阶导数光谱法不经分离即可直接测定盐酸环胞苷的含量, 操作简便, 结果准确, 本实验为该制剂的质量控制提供参考。

表2 样品测定结果(n=4)

编号	相当于标示量(%)	CV(%)
1	100.31	0.50
2	97.56	0.78
3	99.43	0.36
4	95.92	0.43
5	98.99	0.61

样品稀释液室温放置 24h, 重复试验, 零阶吸收光谱及一阶导数光谱无变化。

从图 2 可见, 在波长 274 nm 处还有一波谷, 如以 249 nm 波峰与 274 nm 波谷振幅值为定量依据, 得回归方程为: $D = 0.0167c - 0.0051$ $r = 0.9993$, 线性稍差, 但对测定结果无影响。

参 考 文 献

- 1 安登魁等. 药物分析. 北京: 人民卫生出版社, 1985. 326.

收稿日期: 1993-04-12

Quantitative Determination of Cyclocytidine Ocustillae by Derivative Spectrometry

Fan Xiaoping, Dai Qichang

(Huzhou First People's Hospital, Huzhou, Zhejiang 313000)

Abstract Cyclocytidine ocustillae was determined by derivative spectrometry without pretreatment. The method is easy to operate and is not distracted by Ethylparaben. The average recovery was 99.93%, and CV = 0.39%.

Key words Derivative spectrometry Cyclocytidine Ocustillae Quantitative determination
(Original article on page 23)