

一阶导数光谱法测定氧氟沙星软膏的含量

姜俊勇 张先洲 蔡鸿生 尹武华

(湖北省人民医院药学部, 武汉 430060)

在氧氟沙星(又名氟嗟酸)软膏中, 因基质含有尼泊金乙酯、单硬脂酸甘油酯等, 对氧氟沙星的零阶紫外光谱有干扰。笔者用一阶导数光谱法, 排除基质干扰, 在302 nm 波长处, 用零谷值(D_{302} 值)测定软膏中氧氟沙星的含量。

1 仪器与试剂

Shimadzu UV-2201 型 分光光度计(日本岛津); 氧氟沙星原料(浙江新昌制药有限公司); 氧氟沙星软膏(本部制剂科提供); 氧氟沙星对照品: 原料药经酸、碱处理, 重结晶三次即得, 经非水滴定法测定含量为99.98%。软膏基质: 含硬脂酸、单硬脂酸甘油酯、甘油、液状石蜡、十二烷基硫酸钠、尼泊金乙酯、白凡士林等。盐酸、氢氧化钠均为分析纯。

2 实验方法和结果

2.1 氧氟沙星和基质的零阶光谱和一阶导数光谱图

取氧氟沙星及软膏基质, 分别用盐酸液(0.1 mol/L)溶解, 在200—400 nm 波长范围内扫描, 测定零阶吸收光谱, 结果见图1。零阶光谱结果提示: 基质对氧氟沙星的测定有干扰。在200—400 nm 范围内进行导数光谱测定, 结果(见图2)提示, 氧氟沙星的一阶导数光谱中302 nm 波长处的波谷

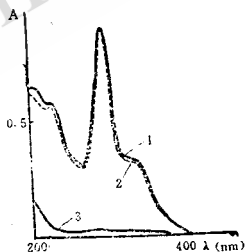


图1 零阶光谱图

1. 氧氟沙星+基质 2. 氧氟沙星 3. 基质

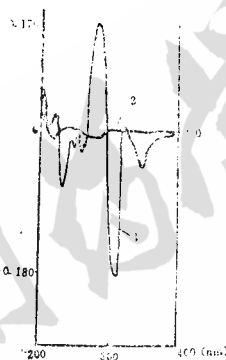


图2 一阶导数光谱图

1. 氧氟沙星 2. 基质

不受基质的干扰。

2.2 溶剂的选择

分别用0.01、0.05、0.1 mol/L 盐酸和0.1 mol/L 氢氧化钠试液配成5 μg/ml 的氧氟沙星标准溶液, 在200—400 nm 波长范围内测定一阶导数光谱。结果表明: 用0.1 mol/L 盐酸作溶剂, 氧氟沙星的 D_{302} 值大且稳定, 故选择盐酸(0.1 mol/L)作溶剂。

2.3 氧氟沙星溶液稳定性试验

用0.1 mol/L 盐酸配制氧氟沙星标准液, 并于配制后0、1、4、8 h 后测定其一阶导数光谱, 结果发现 D_{302} 值稳定。

2.4 标准曲线的测定

精密称取干燥至恒重的氧氟沙星对照品0.1212 g 用盐酸(0.1 mol/L)溶解, 加溶剂定容至250 ml。精密量取标准液适量, 用盐酸(0.1 mol/L)定量地稀释成一系列不同浓度的溶液, 以溶剂为空白, 测定其在200—400 nm 波长范围内的一阶导数光谱, 读取零谷振幅 D_{302} 值。其回归方程为: $C = 0.02231 + 30.3139D_{302}$, $r = 0.9999$ ($n = 6$)。

2.5 回收率试验

精密称取氧氟沙星对照品适量,按处方比例,加入乳膏基质,照“样品测定”项方法,依法操作,平均回收率为100.19%, $CV=0.13\%$ ($n=6$)。

2.6 样品的测定

精密称取样品适量(约含氧氟沙星45 mg),置100 ml量瓶中,加温热的盐酸液(0.1 mol/L)适量,水浴加热,振摇使氧氟沙星溶解,冷却使基质析出,室温加溶剂定容至100 ml,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液2 ml,置100 ml量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,作为供试液,以溶

剂为空白,测定其在200—400 nm范围内的一阶导数光谱,读取302 nm波长处的零谷振幅 D_{302} 值,代入标准曲线方程中计算即得。测定5批样品的含量,结果见下表1。

表1 样品的测定结果

批 号	940112	940120	940131	940216	940224
含量*(%)	102.65	103.53	101.77	98.84	100.99

*均为三次平均值。

收稿日期:1994-10-25