

双波长分光光度法与系数倍率法测定复方氯霉素眼药水中氯霉素和地塞米松的含量

黄荣飞 陈 焰 郑慧丽(上海 200040 华东医院)

复方氯霉素眼药水是我院常用制剂,含有氯霉素、地塞米松、苯福林(phenylephrine)和对羟基苯甲酸乙酯(ethylparaben)互相干扰的四元组份,尚未建立有效的测定方法,作者经实验探索采用在测定某一药物时另三元组份组成、组合干扰吸收光谱,用双波长分光光度法和系数倍率法,分别测定氯霉素和地塞米松取得了满意的效果。

1 实验仪器与试药

1.1 仪器:UV-240(岛津特许上海第三分析仪器厂)。

1.2 试药:氯霉素(上海第四制药厂);苯福林(德国);地塞米松(美国);对羟基苯甲酸乙酯、硼砂、硼酸、羧甲基纤维素钠、焦亚硫酸钠均为分析纯。

2 氯霉素的测定

2.1 氯霉素测定波长和参比波长的选择:精密称取配制 $20\mu\text{g}/\text{ml}$ 氯霉素水溶液,并按处方比例分别配制地塞米松、苯福林、对羟基苯甲酸乙酯以及各个辅料的水溶

液,在 220~320nm 波长范围内扫描绘制吸收图谱,从图 1 可以看出硼砂、硼酸、羧甲基纤维素、焦亚硫酸钠无吸收,氯霉素最大吸收处有 b,c,d,3 条光谱干扰。把 b,c,d,溶液混合组成 e 液再扫描绘图(见图 2),在靠近氯霉素最大吸收值 278nm 选择 265nm 为测定波长,用 3 种不同浓度的 e 液精选确定 242nm 为参比波长。

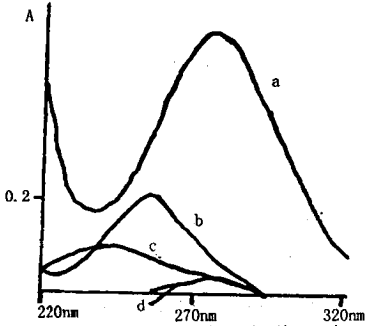


图 1 a-氯霉素;b-对羟基苯甲酸乙酯;c-地塞米松;d-苯福林

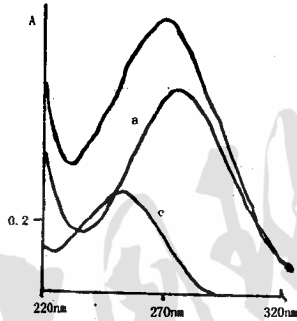


图 2 a-氯霉素;e-b,c,d 混合液;f-模拟滴眼液

2.2 氯霉素线性关系试验:精密称取 105℃干燥至恒重的氯霉素配制成每毫升含 5, 10, 15, 20, 25, 30 和 35nm 的溶液,在 242 和 265nm 波长处测吸收度计算 ΔA ,回归方程为: $c = 69.1700\Delta A - 0.1739$, $r = 1.0000$ 。

2.3 氯霉素回收率试验:按处方比例精密配制模拟样品 5 份,按上法测出吸收度求出 ΔA ,代入回归方程求得含量, $\bar{x}$ 为 99.81%, RSD 为 0.41%。

2.4 样品中氯霉素的测定:精密吸取样品 2ml 置 250ml 量瓶中用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,分别在 242 和 265nm 波长处测定吸收度求得 ΔA ,代入回归方程计算含量,结果氯霉素样品测定的标示量分别为 96.6%, 101.17% 和 98.7%, RSD 分别为 0.37%, 0.35% 和 0.42% ($n = 3$)。

3 地塞米松的测定

3.1 地塞米松测定波长的选择:把 a,b,d 溶液混合成 g 液再扫描绘图(见图 3),在 c 液最大吸收处 242nm 左右 g 液有吸收,在 g 液最大吸收处 272nm 左右 c 液也有吸收,根据双波长吸收光谱倍率法可消去 g 液对 c 液的

干扰,用 3 种不同浓度的 c 液与 g 液分别对 c 液与 g 液的最大吸收进行反复测定,选定 242 和 272nm 作为测定波长。

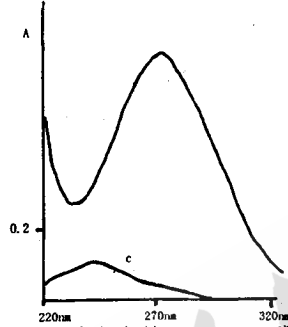


图 3 c-地塞米松;g-a,b,d 混合液

3.2 系数倍率 k 的确定:由于不同浓度的 g 液在 242 和 272nm 波长吸收比值略有差异,故配制一系列 g 液浓度在 242 和 272nm 处测定吸收度按 $k = A_{242}/A_{272}$,计算系数倍率的平均值: $k = 0.4549$ ($n = 9$)。测定 c 液或滴眼液的 ΔA 都可按 $\Delta A = 0.4549A_{272} - A_{242}$ 计算。

3.3 地塞米松线性关系试验:根据 $\Delta A = kA_2 - A_1 = KC$, K 为常数, c 为待测组份浓度, k 为系数倍率。精密配制复方氯霉素眼液,然后稀释成每毫升含地塞米松 4, 4.5, 5, 5.5 和 $6\mu g$ 的系列溶液,在 242 和 272nm 处测定吸收度,计算 ΔA 。回归方程为: $c = 49.7009\Delta A + 0.3551$, $r = 0.9999$ 。

3.4 地塞米松回收率试验:精密配制模拟样品 6 份按上法测定吸收度求出 ΔA ,代入回归方程求得含量。

3.5 样品中地塞米松的测定:精密吸取样品 2ml 置 250ml 量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,分别在 242 和 272nm 测定 A 值算出 ΔA 代入回归方程计算含量,结果地塞米松样品测定的标示量分别为 99%, 97% 和 100.5%, RSD 分别为 0.9%, 0.89% 和 0.85% ($n = 3$)。

4 讨论

4.1 本法不需分离,在多元组份组相互干扰的情况下,直接测定氯霉素与地塞米松的含量,操作简便、快速、准确。

4.2 在选定 c 液的最大吸收值时,由于按处方比例 c 液的 A 值小于 0.2,故所配 3 种不同浓度的 c 液都使它们的吸收值在 0.2 以上,以避免可能带来的 A 值不稳定。

4.3 经稳定性试验,在 12h 内 ΔA 几乎不变。

收稿日期:1998-04-22