

荷移分光光度法测定乳酸环丙沙星乳膏的含量

柳 涌 方 焱(合肥 230001 安徽省立医院药剂科)

摘要 目的:建立乳酸环丙沙星乳膏的含量测定方法。方法:利用乳酸环丙沙星与2,4-二硝基酚产生反应,可形成电荷转移络合物,以分光光度法测定。结果:荷移反应后,乳酸环丙沙星最大吸收波长为398nm,在此波长处基质无干扰,吸收度与浓度间呈良好的线性关系。平均回收率为98.6%,RSD=0.8%(n=4)。结论:用荷移分光光度法可排除基质干扰,准确测定乳酸环丙沙星乳膏的含量。

关键词 电荷转移分光光度法;乳酸环丙沙星乳膏;含量测定

Determination of ciprofloxacin lactate cream by charge transfer spectrophotometry

Liu Yong(Liu Y) ,Fang Yan(Fang Y) (Anhui Provincial Hospital , He fei 230001)

ABSTRACT **OBJECTIVE:**To establish a method for the determination of ciprofloxacin lactate cream. **METHOD:**To utilize the reaction of ciprofloxacin lactate and 2,4-dinitroresorcinol to form the charge transfer complex compound that was measured by UV spectrophotometry. **RESULTS:**The maximum absorption wavelength of the complex compound was 398nm. There is no base absorption. The absorptions and the concentrations have good liner relationship. The average rate of recovery was 98.6%,RSD=0.8%(n=4). **CONCLUSION:**The method of charge transfer spectrophotometry can remove interference of base and exactly measure the content of ciprofloxacin lactate cream.

KEY WORDS charge transfer spectrophotometry ,ciprofloxacin lactate cream ,determination

乳酸环丙沙星为氟喹诺酮类抗菌药,将其制成乳膏剂外用,对皮肤感染有较好疗效。本文利用乳酸环丙沙星与2,4-二硝基酚产生反应,形成电荷转移络合物,用分光光度法测定乳酸环丙沙星乳膏的含量。^[1,2]

1 仪器与试剂

1.1 仪器

上分7530紫外分光光度计;HH.W21.Cr420型电热恒温水浴箱。

1.2 试剂

乳酸环丙沙星原料和乳膏(由本院普通制剂室提供);氯化钠饱和的0.1%氢氧化钠溶液:取氯化钠178.5g,加0.1%氢氧化钠溶液500ml,使溶解,滤过,即得;6.0×10⁻³mol·L⁻¹的2,4-二硝基酚溶液:取2,4-二硝基酚约0.1g,加水90ml使溶解,即得。

2 实验方法

2.1 对照用乳酸环丙沙星的制备

取乳酸环丙沙星原料经重结晶精制而得。

2.2 测定波长的选择

2.2.1 荷移反应前的吸收峰图形 精密称取环丙沙星乳膏及基质各1g,置分液漏斗中,加氯仿15ml,振摇后,用氯化钠饱和的0.1%氢氧化钠溶液25、20、20与10ml分次提取,提取液置100ml量瓶中,加0.1%氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,加0.1%氢氧化钠溶液稀释至100ml,制成每1ml中约含5μg的溶液,在250nm~450nm范围内进行扫描,见图1。

2.2.2 荷移反应后的吸收峰图形 提取步骤同2.2.1,自“加0.1%氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,滤过”起,精密取3ml于10ml容量瓶中,加入6.0×10⁻³mol·L⁻¹的2,4-二硝基酚溶液2.5ml,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀后放置于50℃的水浴中保温1h,取出冷却至室温,以试剂空白为参比,在250nm~450nm范围内进行扫描,见图1。

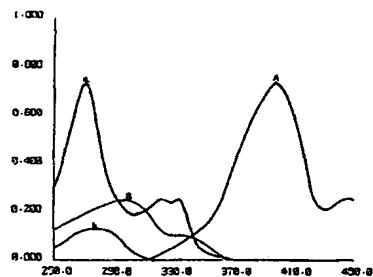


图1 荷移反应前后的吸收曲线

a- 乳酸环丙沙星乳膏提取液;b- 基质提取液;

A- 乳酸环丙沙星乳膏提取液+2,4-二硝基酚溶液;B- 基质提取液+2,4-二硝基酚溶液

2.2.3 荷移反应分光光度法的肯定和最大吸收波长的选择 由附图可知,用乳酸环丙沙星提取液进行扫描,在272nm波长处有一最大吸收峰,而基质提取液在这一波长处也有较强吸收,不能忽略,用直接分光光度法就无法消除基质对吸收度的干扰。将乳酸环丙沙星乳膏和基质提取液分别和2,4-二硝基酚进行荷移反应,导致乳酸环丙沙星最大吸收峰明显的改变,测得平均最大吸收波长为398nm,而基质的提取反

应液在此波长处没有吸收,因此利用荷移分光光度法就排除了基质对含量测定的影响,随后的实验中就以 398nm 作为含量测定的选择波长。

2.3 荷移反应条件的选择

2.3.1 2.4-二硝基酚溶液浓度的选择 分别取浓度约为 4.0×10^{-3} 、 5.0×10^{-3} 、 6.0×10^{-3} 、 7.0×10^{-3} 、 $8.0 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 2.4-二硝基酚溶液 2.5 ml 进行实验,测得各浓度的 2.4-二硝基酚溶液和乳酸环丙沙星乳膏提取液在平行实验条件下发生荷移反应后的吸收度,结果表明对应着浓度为 $6.0 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 2.4-二硝基酚溶液的吸收度最大。

2.3.2 恒温水浴温度的选择 取在同一条件下配好的反应液分别置 25、30、40、50、60、80℃ 的恒温水浴中保温 1h,结果对应着温度为 50℃ 的恒温水浴保温的反应液的吸收度最大。

2.3.3 水浴中保温时间的选择 取在同一条件下配好的反应液置 50℃ 的恒温水浴中分别保温 30、40、50、60、70、80 min,结果表明反应时间达到 50 min 以上,反应液的吸收度达到最大且稳定,因此本反应的时间定为 1h 就足以使反应完全。

2.4 回归方程的建立 精密称取经 105℃ 干燥至恒重的对照用乳酸环丙沙星约 0.1g,置 100 ml 量瓶中,加 0.1% 氢氧化钠溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,再分别制成浓度约为 5、10、15、20、25、30 μg/ml 的标准溶液。分别量取各浓度标准溶液各 3 ml 于 10 ml 容量瓶中,加入 $6.0 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 2.4-二硝基酚溶液 2.5 ml,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀后放置于 50℃ 的水浴中保温 1h,取出冷却至室温,以试剂空白为参比,在 398nm 波长处测定吸收度,以浓度 C 为横坐标,吸收度 A 为纵坐标,进行线性回归,得回归方程为:

$$C = 29.02A - 0.1069 \quad r = 0.9996 \quad n = 6$$

结果表明,乳酸环丙沙星浓度在 5 ~ 30 μg/ml 范围内,其荷移反应后在 398nm 波长处吸收度与浓度间呈良好的线性关系。

2.5 回收率实验 精密称取一定量的乳酸环丙沙星乳膏基质,精密加入对照用乳酸环丙沙星适量,然后照 2.2.2 实验步骤,实验结果代入回归方程,求得乳酸环丙沙星乳膏的平均回收率为 98.6%,RSD 为 0.8%, $n = 4$ 。

2.6 样品含量测定 精密称取 5% 乳酸环丙沙星乳膏约 1g,置分液漏斗中,加氯仿 15 ml,振摇后,用氯化钠饱和的 0.1% 氢氧化钠溶液 25、20、20 和 10 ml 分次提取,提取液置 100 ml 量瓶中,加 0.1% 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀后,滤过,精密量取 3 ml 于 10 ml 容量瓶中,加入 $6.0 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 2.4-二硝基酚溶液 2.5 ml,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,放置于 50℃ 的水浴中保温 1h,取出冷却至室温,以试剂空白为参比,在 398nm 波长处测定吸收度,按回归方程计算出样品中乳酸环丙沙星的含量,即得。

3 讨论

3.1 2.4-二硝基酚的化学结构式表明它是一个 π 电子接受体,在水溶液中与环丙沙星形成 $\pi\pi$ 络合物,络合物组成为 1:1,在 398nm 波长处有一特征吸收峰,具备良好的测定条件。

3.2 本文荷移反应条件是在考虑试剂浓度,反应温度,保温时间的影响后,综合实验结果而制定的,特异性强,实验操作方便可行,结果可靠。

参考文献

- 1 安登魁主编.药物分析.济南:济南出版社,1992:62.
- 2 宋健玲,王仲英,宣春生,等.喹诺酮药物荷移反应的研究.药物分析杂志,1999,19(3):167.