

高效液相色谱法测定乳酸环丙沙星滴眼液的含量

陈仙美, 郑丽洁(浙江尖峰药业有限公司, 浙江 金华 321016)

摘要:建立 HPLC 法测定乳酸环丙沙星滴眼液的含量。采用 C_{18} 柱, 流动相为 0.05% 枸橼酸溶液-乙腈(82:18)用三乙胺调节 pH 至 3.5, 流速 $1\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, 检测波长 277nm。乳酸环丙沙星在 $12.5 \sim 125\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好。平均回收率为 100.2%。

关键词:乳酸环丙沙星; 高效液相色谱; 含量测定

中图分类号: R917.795.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)08-0785-02

Determination of ciprofloxacin lactate eye drops by HPLC

CHEN Xian-mei, ZHENG Li-jie(*Zhejiang Jianfeng Pharmaceutical Holdings, Jinhua 321016, China*)

ABSTRACT: A HPLC method for the determination of ciprofloxacin lactate eye drops was established. A C_{18} column was used with the mobile phase of 0.05% citric acid-acetonitrile(82:18) (pH adjusted to 3.5 with triethylamine). The flow rate was $1\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ and the detection wavelength was 277nm. The calibration curve of ciprofloxacin lactate was linear in the concentration ranges of $12.5 \sim 125\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. The average recovery was 100.2%.

KEY WORDS: ciprofloxacin lactate; HPLC; assay determination

乳酸环丙沙星(Ciprofloxacin Lactate)为喹诺酮类药物, 具有广谱抗菌作用, 通过作用于细菌 DNA 螺旋酶的 A 亚单位, 抑制 DNA 的合成和复制而导致细菌死亡。乳酸环丙沙星滴眼液的含量测定, 国家食品药品监督管理局颁发的标准(WS-(X-090)-2002Z)采用紫外分光光度法, 使用乳酸环丙沙星对照品, 而《中国药典》(2005 年版)未收载此对照品。笔者采用以环丙沙星为对照品, 运用高效液相色谱法测定此品种的含量。该方法灵敏度高, 专属性强, 结果准确可靠。

1 仪器和试剂

Waters 515 高效液相色谱仪; Waters 2487 紫外检测器; HS 色谱数据工作站(杭州英谱科技开发有限公司); AG135 型电子分析天平(METTLER TOLEDO)乳酸环丙沙星滴眼液(浙江尖峰药业有限公司, 规格: 8mg: 24mL(按环丙沙星计))环丙沙星对照品(中国药品生物制品检定所)乳酸环丙

沙星滴眼液处方: 每 100 mL 中含乳酸环丙沙星 0.382g, 乙二胺四乙酸二钠 0.02g, 氯化钠 0.8g, 三氯叔丁醇 0.3g, 0.5% 羟丙基甲基纤维素 10mL。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C_{18} 柱(4.6mm × 250mm; 5 μm); 流动相: 0.05% 枸橼酸溶液-乙腈(82:18)用三乙胺调节 pH 至 3.5; 流速: $1\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 检测波长: 277nm; 柱温: 30℃; 进样量: 20 μL 。

2.2 干扰试验

精密称取环丙沙星对照品适量, 加流动相溶解并稀释制成 $50\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液, 另按处方比例同法配制空白辅料溶液, 按上述色谱条件, 分别取 20 μL 进样, 记录色谱图。在该色谱条件下, 环丙沙星能达到基线分离且峰形稳定, 保留时间约 6 min, 乳酸环丙沙星滴眼液空白辅料不干扰乳酸环丙

沙星的测定。

2.3 线性试验

精密称取环丙沙星对照品 25mg, 置 100mL 量瓶中, 加流动相使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 0.5、1、2、3、4、5mL 分别置 10mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀。按以上色谱条件, 分别取 20μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图。以环丙沙星对照品浓度 $C(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$ 为横坐标, 峰面积 A 为纵坐标进行线性回归, 回归方程为: $A = 1.586C \times 10^5 + 2.729 \times 10^2, r = 0.9995$, 在 $12.5 \sim 125\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内呈线性关系。

2.4 回收率试验

按处方比例(80%、100%、120%)模拟乳酸环丙沙星滴眼液精确配制 200mL, 混合均匀, 精密量取 10mL 置 50mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2mL 置 25mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度。取 20μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图。计算平均回收率, 结果 3 种溶液的平均回收率分别为: 99.8%、100.6%、100.2%, RSD 分别为 0.5%、0.3%、0.2%, $n=6$ 。

2.5 精密度和稳定性试验

将同一份样品连续测定 7 次($n=7$), 峰面积的 RSD 为 0.6%。取同一批样品分别于同一天不同时间和不同日间(2d)进行稳定性试验, 计算同一天不同时间峰面积 RSD 为: 0.6% ($n=5$); 不同日间峰面积 RSD 为: 0.8% ($n=5$)。

2.6 样品测定

取乳酸环丙沙星滴眼液数批, 精密量取 10mL, 置 50mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2mL 置 25mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度。取 20μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图。测量结果与紫外分光光度法比较, 结果基本一致, 见表 1。

3 讨论

乳酸环丙沙星滴眼液采用 HPLC 法测定含量与紫外分光光度法比较, 结果基本一致。实验证明配得的供试品溶液于 2d 内基本稳定。

表 1 样品含量测定结果(%)

Tab 1 The results of ciprofloxacin content in samples(%)		
批号	HPLC 法	紫外分光光度法
Lot No.	($n=3$)	($n=2$)
050601	96.3% (RSD: 0.15%)	96.7%
050602	96.4% (RSD: 0.19%)	98.2%
050801	94.8% (RSD: 0.20%)	94.7%

参考文献

[1] 国家药品监督管理局国家药品标准. WS-(X-90)-2002Z 2003.3.
[2] 中国药典 2000 年版二部[S]. 2000:404.
[3] 中国药典 2005 年版二部[S]. 2000:303-304, 527.

收稿日期: 2005-09-18