

模拟样品的回收率测定结果编成文件贮存于计算机内,以后每次测定样品时,只要将测定的数据编成未知样品文件,代入程序内一起运算,在 1 分钟内即可得到结果。因此,本法操作简单,快速。

6.2 有的医院配制的氯麻滴鼻剂处方中

不用甘油,而用氯化钠。由于氯化钠在紫外无吸收,故同样可用本法测定。

参考文献

[1]北京市卫生局编.制剂手册.第一版,北京:人民卫生出版社,1978:327~28

紫外分光光度法测定诺氟沙星胶囊的含量

严家蔚 陈培琳 房德明

(上海市第五人民医院药剂科 上海 200240)

摘要 本文采用紫外分光光度法直接测定诺氟沙星胶囊的含量。实验结果表明:本法简便、正确、重现性好。线性范围 4.816~14.448 $\mu\text{g}/\text{ml}$, $r=0.9999$,回收率 99.6% ($n=5$) $RSD=0.64\%$ 。

关键词 诺氟沙星胶囊;紫外分光光度法

UV—Spectrophotometry for quantitative determination of Norfloxacin Capsule

Yan Jia—wei, Chen Pei—lin, Fang De—ming

(Shanghai No. 5 Hospital Shanghai 200240)

ABSTRACT The paper reported the direct determination of norfloxacin capsules by UV-spectrophotometry. The result shows: This method is simple, accurate and reproducible. The calibration curve is linear in the range from 4.816 $\mu\text{g}/\text{ml}$ to 14.448 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ($r=0.9999$) $RSD=0.64\%$

KEY WORDS norfloxacin capsule, UV-spectrophotometry

诺氟沙星又名氟哌酸,属喹诺酮类化合物,已报道的诺氟沙星胶囊含量测定方法有非水滴定法^[1],高效液相色谱法^[2]等。由于诺氟沙星胶囊中含有赋形剂,用非水滴定法测定其终点变化不明显。笔者试用紫外分光光度法直接测定诺氟沙星胶囊的含量,具有简便、重现性好等优点。

仪器与试剂

仪器 7520 型紫外分光光度计 上海

分析仪器厂。

药品 诺氟沙星原料 昆山制药厂 批号:9402002。诺氟沙星精制品 诺氟沙星原料经正丙醇二次重结晶精制,非水滴定法测含量为 100.5%。正丙醇 BASF 进口分装 上海行知化工厂。氢氧化钠 分析纯

实验方法与结果

1. 紫外吸收光谱的测定

取诺氟沙星精制品适量,用氢氧化钠液

(0.02mol/L)制成 10 μ g/ml 溶液,以氢氧化钠液(0.02mol/L)为空白,在 200nm—400nm 波长范围内每隔 1nm 进行吸收度测定,结果见图 1。

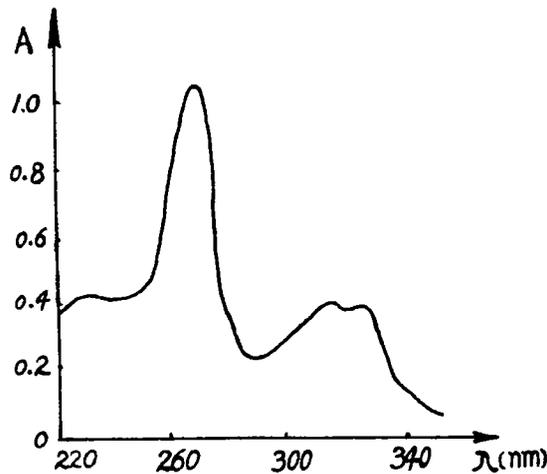


图 1 诺氟沙星紫外吸收光谱

2. 浓度与吸收度的关系

精密称取诺氟沙星精制品 60mg 置 250ml 容量瓶中,用氢氧化钠液(0.02mol/L)溶解稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取 2ml,3ml,4ml,5ml,6ml 置 100ml 容量瓶中,加氢氧化钠液(0.02mol/L)至刻度,摇匀,以氢氧化钠液(0.02mol/L)为空白,在 323.5nm 波长处测定其吸收度。结果见表 1。以浓度(c)对吸收度(A)进行线性回归,结果表明浓度在 4.816—14.448 μ g/ml 范围内线

性关系良好,符合比尔定律。回归方程为 $C = 23.1965A - 0.1809$ $r = 0.9999$

表 1 诺氟沙星胶囊吸收度

浓度(μ g/ml)	4.816	7.224	9.632	12.04	14.448
吸收度	0.218	0.317	0.421	0.527	0.632

3. 回收率试验

精密称取经 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的诺氟沙星原料约 60mg,淀粉 60mg 混匀,共 5 份,分别置于 100ml 容量瓶中,用氢氧化钠液(0.02mol/L)溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤,取续滤液 2ml 置 100ml 容量瓶中,用氢氧化钠液(0.02mol/L)稀释至刻度,摇匀,在 323.5nm 波长处测吸收度,按回归方程求回收率。结果见表 2。

4. 样品含量测定

取诺氟沙星胶囊 20 粒,精密称出内容物,研细,精密称取适量(约相当诺氟沙星 50mg),置 200ml 容量瓶中,加氢氧化钠液(0.02mol/L)溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤,弃去初滤液,精密吸取续滤液 5ml 置 100ml 容量瓶中,加氢氧化钠液(0.02mol/L)稀释至刻度,摇匀,在 323.5nm 波长处测吸收度,按回归方程求含量,同时用 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的诺氟沙星精制品为对照品,按对照品比较法求含量,分光光度法与非水滴定法进行比较,结果见表 3。

表 2 回收率试验结果比较

紫外分光光度法				非水滴定法			
编号	加入量(μ g/ml)	测得量(μ g/ml)	回收率(%)	编号	加入量(μ g/ml)	测得量(μ g/ml)	回收率(%)
1	11.14	10.98	98.6%	1	0.2879	0.2887	100.3%
2	12.12	12.16	100.3%	2	0.2035	0.2025	99.5%
3	10.70	10.70	100.0%	3	0.2569	0.2582	100.5%
4	10.44	10.40	99.6%	4	0.2000	0.2003	100.2%
5	12.52	12.46	99.5%				
	S=0.64	RSD(%) 0.64	\bar{x} =99.6%		S=0.43	RSD(%) 0.43	\bar{x} =100.1%

表 3 含量测定结果比较

批 号	紫外分光光度法(%)		非水滴定法(%, n=3)
	工作曲线法(n=3)	对照品比较法(n=5)	
9407001	97.1%	97.7%	98.0%
940701	102.4%	102.9%	102.1%
940901	100.8%	100.9%	101.7%

讨论

诺氟沙星属喹诺酮类化合物,在 232nm, 273nm, 323.5nm, 335nm 波长处分别有吸收峰,以在 273nm 波长处吸收值最大,因 323.5nm 波长处吸收值大小适当,故选择为本试验测定波长。

三种含量测定方法结果经 t 检验无显著

性差异($P > 0.05$)。

本实验结果表明,用紫外分光光度法测定诺氟沙星胶囊含量具有方便,准确,重现性好等优点。

参考文献

[1] 中国药典. 1990 年版二部, 601~02

[2] 美国药典. XIII 版, 963~64

紫外分光光度法测定“高原护肤霜”中水杨酸苯脂的含量

刘明志

(上海市第一肺科医院药剂科 上海 200433)

摘要 采用紫外分光光度法对高原护肤霜中的水杨酸苯脂进行含量测定,方法简便,结果较好,回收率为 100.48%, CV=0.099%

关键词 紫外分光光度法;水杨酸苯脂;护肤霜

UV-Spectrophotometry for quantitative determination of phenyl salicylate in the cream for highland

Liu Ming-Zong

(Shanghai First pneumology hospital, department of pharmacy Shanghai 200433)

高原护肤霜是一种皮肤保健用药,其涂布容易,清除方便,疗效显著,深受广大边民的欢迎。

高原护肤霜的组成复杂,但主药水杨酸苯脂易溶于甲醇溶液中,且在紫外区有吸收,其基质无明显干扰,故用紫外分光光度法对

高原护肤霜中的水杨酸苯脂进行含量测定,该法样品处理简单,操作方便,结果满意。

仪器、试剂与样品

日本岛津 UV-3000 型紫外分光光度计

甲醇:分析纯 上海化学试剂厂

水杨酸苯脂:第二军医大学药学院提供