

表 4 样品含量测定结果($n=5$)

批号	水杨酸		酮康唑	
	标示量(%)	RSD(%)	标示量(%)	RSD(%)
021012	99.6	0.69	101.2	0.82
021023	99.7	0.62	99.2	0.86
021028	101.3	0.88	98.9	0.76
021115	99.1	0.51	101.1	0.47
021120	98.9	0.55	100.5	0.66

数大于水杨酸, 故选择 235nm 为检测波长, 误差较小, 准确度高。

3.3 流动相的选择 曾选择甲醇-水系统为流动相, 但发现酮康唑有拖尾现象, 最后采用乙腈-甲醇-醋酸盐系统为流动相, 并用三乙胺改善拖尾现象,

效果满意。

3.4 方法的选择 本制剂中卡波姆 940 分子中存在大量羧酸基团^[2], 因此无法用常规的酸碱滴定法测定水杨酸的含量, 也曾尝试用紫外分光光度法, 但由于水杨酸和酮康唑吸收曲线的限制, 无法利用紫外法同时测定水杨酸和酮康唑的含量。试验结果表明本法简便快速, 准确灵敏, 实用价值较高。

参考文献:

[1] 中国药典. 2000 年版. 二部[S]. 附录, 2000: 32.
 [2] 吴荣荣. 卡波树脂成膜材料在几种涂膜剂制备中的应用[J]. 中国医院药学杂志, 1999, 19(10): 627.

收稿日期: 2003-05-23

TLG-UV 测定水飞蓟宾单磷酸酯钠的含量

康怀萍(河北科技大学化工学院, 河北 石家庄 050018)

摘要 目的: 为了准确测定水飞蓟宾单磷酸酯钠的含量。方法: 采用薄层层析对水飞蓟宾和水飞蓟宾单磷酸酯钠进行分离, 用紫外分光光度法测定水飞蓟宾单磷酸酯钠的含量, 测定波长 288nm。结果: 线性范围 5~30μg/mL, 相关系数为 0.9996, 平均回收率为 98.93%, RSD 为 1.12%。结论: 本法能有效消除水飞蓟宾对测定的干扰, 准确测定水飞蓟宾单磷酸酯钠的真实含量。

关键词 水飞蓟宾; 水飞蓟宾单磷酸酯钠; 薄层色谱-紫外分光光度法; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2004)01-0007-03

Determination of sodium salt of 11-phosphate by TLC-UV spectrophotometry

KANG Huai-ping(College of Chemical and Pharmaceutical and Engineering, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang 050018, China)

ABSTRACT Objective: To determine the content of sodium salt of 11-phosphate. **Methods:** Silybin and sodium salt of 11-phosphate were separated by TLC. The content of sodium salt of 11-phosphate in solution was determined by UV spectrophotometry. The detection wavelength was 288nm. **Results:** The linear range was 5~30μg/mL ($r = 0.9996$). The recovery was 98.93% ($n = 5$), RSD was 1.12%. **Conclusion:** The method can eliminate the interference of silybin, the result was accurate.

KEY WORDS silybin; sodium salt of 11-phosphate; TLC-UV spectrophotometry; content determination

水飞蓟宾(silybin)是菊科植物水飞蓟 *Silybum marianum* L. 果实中的主要有效成分, 能稳定肝细胞膜, 提高肝脏解毒能力, 促进肝细胞再生, 从而起到保护肝脏, 治疗各种肝炎肝硬化的作用。近年来, 作为新的保肝药物而引起了世界各国的广泛重视, 国内对其化学研究与临床应用也有不少报道。

由于水飞蓟宾难溶于水, 因而影响其临床应用。经药理及临床实验使用证明, 其水溶性衍生物疗效较母体为好^[1,2]。水溶性衍生物除葡甲胺盐外, 文

献报道尚有水飞蓟宾单磷酸酯钠^[3]、琥珀酸单酯钠^[4]等, 均为羟甲基上的单酯钠盐, 它们的含量测定多采用 HPLC 法和薄层扫描法^[5]。两种方法对设备要求较高。本文根据水飞蓟宾单磷酸酯钠的紫外吸收特征, 对水飞蓟宾单磷酸酯钠的含量进行测定。由于水飞蓟宾单磷酸酯钠中可能含有未反应的水飞蓟宾, 它们的紫外吸收很接近^[6], 直接测定结果往往偏高, 误差较大。本文采用薄层色谱-紫外分光光度法, 能避免杂质干扰, 较准确地测定水飞蓟宾单磷酸酯钠的含量。

作者简介: 康怀萍(1960), 女, 学士, 副教授。

1 仪器与试剂

UV-2001型紫外分光光度计(日本岛津)。水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品(自制),水飞蓟宾单磷酸酯钠样品(河北科技大学制药实验室制备),硅胶GF₂₅₄(青岛海洋化工厂);试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品的制备

2.1.1 薄层色谱条件 吸附剂:硅胶 GF₂₅₄(20cm × 20cm, 110℃活化1h);展开剂:氯仿-甲酸-甲醇(25:10:7);显色:254nm紫外灯。

2.1.2 水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品的制备及鉴别取水飞蓟宾单磷酸酯钠样品适量,加甲醇制成100mg/mL的溶液,点样、展开、显色,结果:①水飞蓟宾:R_f=0.78~0.8为紫色斑点。②水飞蓟宾单磷酸酯钠:在原点未移动,为紫色斑点。

将薄层板中水飞蓟宾单磷酸酯钠位置的硅胶小心用刮刀刮下,装入洗脱柱中,用甲醇洗脱,回收甲醇,得水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品。熔点 mp215℃(文献值210℃~215℃)。

2.2 测定波长的选择 精密称取水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品适量,制成20μg/mL甲醇溶液,以甲醇溶液为空白,在200~400nm波长范围内扫描,绘制紫外吸收光谱(见图1)。水飞蓟宾单磷酸酯钠在288nm处有最大吸收峰。

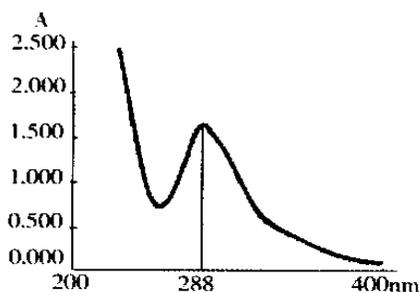


图1 水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品紫外吸收光谱

2.3 标准曲线绘制 精密称取水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品适量,制成125μg/mL,然后精密吸取该溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0和6.0mL分别置于25mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,以甲醇溶液为空白,在288nm处测定吸收度,以浓度(C)对吸收度(A)进行线性回归,回归方程为: $C = 34.08A + 0.103$, $r = 0.9996$ 。结果表明,水飞蓟宾单磷酸酯钠浓度在5~30μg/mL范围内与吸收度呈良好线性关系。

2.4 稳定性试验 取上述10μg/mL溶液分别于0、6、12和24h测定吸收度,结果为0.683、0.681、0.685和0.686,几乎无变化。

2.5 回收率试验 精密称取水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品适量,依本法进行含量测定,计算回收率,结果见表1。

表1 回收率试验结果(n=5)

加入对照 品量(mg)	测得对照 品量(mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
19.83	19.56	98.64		
19.93	19.76	99.14		
20.02	20.10	100.4	98.93	1.12
20.48	20.22	98.73		
19.36	18.92	97.73		

2.6 样品测定 取不同批号干燥至恒重的水飞蓟宾单磷酸酯钠样品,精密称定,加甲醇定容为100mg/mL的溶液,精密吸取0.1mL,按水飞蓟宾单磷酸酯钠对照品的制备方法项下的薄层色谱条件,以条状点于薄层板上,吹干,置色谱缸饱和30min,展开,晾干,在254nm的紫外灯下,刮取含水飞蓟宾单磷酸酯钠斑点和相同面积的空白硅胶,分别置于50mL烧杯中,加适量甲醇,用玻璃棒搅拌1min,置于40℃水浴中保温20min,并时时搅拌,过滤,用甲醇稀释,定容至25mL,于288nm波长处测定吸收度,以空白硅胶洗脱液作对照,由回归方程计算水飞蓟宾单磷酸酯钠的百分含量,并与薄层扫描方法比较,结果见表2。

表2 样品水飞蓟宾单磷酸酯钠含量测定结果(w/w%, n=3)

批号	本法	HPLC法
01051	96.82	97.55
01052	98.41	97.84
01053	97.66	98.09

3 讨论

比较了两种展开剂系统①氯仿-甲酸-甲醇(25:10:7);②乙酸乙酯-丙酮-甲醇(20:10:2),结果以①系统分离效果为佳。考察了不同重量的空白硅胶的吸收度与硅胶重量不成比例关系,操作时刮取面积大致相同的空白硅胶即可

参考文献:

- [1] 陈新谦,金有豫.新编药物学[M].北京:人民卫生出版社,1992.317~318.
- [2] 张时行,吴知行.水溶性水飞蓟宾及其制剂的制备和质量标准[J].药学通报,1984,19(1):7.
- [3] Giorgi, Raffaell. Soluble derivatives of silybin [P]. US: 4886791, 1988-11-13.
- [4] 水飞蓟的综合利用编辑组.水飞蓟的综合利用[M].北京:科学出版社,1980.98~105.
- [5] 定天明,施蕴华,田颂九.水飞蓟主要有效成分分离与分析方法

概述[J]. 中草药, 1999, 30(8): 637.

收稿日期: 2003- 08- 21

[6] 浙江省药品标准[S]. 1993 年版. 1993: 202.

氟罗沙星注射液稳定性及其有效期预测

王艳萍, 严晓鹏, 薛万俐, 史沛海(中国人民解放军第 208 医院, 吉林 长春 130062)

摘要 目的: 考察氟罗沙星注射液的稳定性, 并预测其室温贮存有效期。方法: 紫外分光光度法测定氟罗沙星注射液含量, 用初均速法预测其有效期。结果: 本品在光照下色泽变深, 含量明显变化, 室温、高温条件下稳定。室温贮存有效期为 1.5 年。结论: 初均速法预测氟罗沙星注射液有效期简便、迅速。同时本品应避免光贮存

关键词 氟罗沙星注射液; 稳定性; 紫外分光光度法; 初均速法。

中图分类号: R944. 1, R927. 2 文献标识码: A 文章编号: 1006- 0111(2004)01- 0009- 02

Stability study of fleroxacin injection and prediction of its expiry term

WANG Yan-ping, YAN Xiao-peng, XUE Wan-li, SHI Pei-hai (Department of pharmacy, 208th Hospital of PLA, Changchun 130062, China)

ABSTRACT Objective: To study stability of fleroxacin injection at room temperature as to predict its expiry term. **Methods:** The content of fleroxacin injection was determined by UV spectrophotometry, the expiry term was predicted by initial average rate methods. **Result:** The content of fleroxacin changed markedly and its color darkened when it was exposed to light. But it was stable when it was exposed to room temperature or high temperature. Expiry term predicted at room temperature is 1.5 year. **Conclusion:** Initial average rate method is convenient and rapid. The fleroxacin injection should be keep in a dark place.

KEY WORDS fleroxacin injection; stability; UV spectrophotometry; initial average rate method

氟罗沙星注射液是第 3 代喹诺酮类抗感染药物, 具有抗菌谱广, 抗菌力强, 长效的特点。氟罗沙星注射液为我院自制注射液并已用于临床, 对敏感菌引起的各种中、轻度感染有良好的疗效。本文以外观、pH 值和含量变化为指标, 探讨该注射液的稳定性, 并用化学动力学方法预测其贮存有效期。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 UV-754 分光光度计(上海分析仪器厂); PHS-3C 型酸度计(上海雷磁仪器厂); H、H、S 电热恒温水浴锅(上海医疗仪器三厂); 三用紫外分析仪(上海顾村光电仪器厂)。

1.2 试剂 0.2% 氟罗沙星注射液(第 208 医院药剂科, 100mL, 氟罗沙星 0.2g, 葡萄糖 5.0g; 批号为 030226, 030310, 030328), 其它试剂均为分析纯。

2 影响因素试验

2.1 考察项目

2.1.1 外观

2.1.2 pH

2.1.3 降解产物鉴别 薄层色谱法, 硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 展开剂为氯仿-甲醇-浓氨溶液(15:10:3), 展距为 13cm, 检视波长为 254nm。

2.1.4 含量测定 葡萄糖测定采用旋光法; 氟罗沙星采用分光光度法, 即精取本品 0.2mL 置于 100mL 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度, 摇匀。以 0.1mol/L 盐酸液为空白, 于 287nm 波长处测定其吸收度, 按 C₁₇H₁₈F₃N₃O₃ 的吸收系数(E_{1cm}^{1%}) 为 1052 计算, 即得。

2.2 光照试验 取样品适量, 在(4 500 ± 500) Lx 照度的光照实验箱(自制)中放置 10d, 并于 1、3、5、10d 分别取样测定各项指标, 结果见表 1。

表 1 氟罗沙星注射液光照试验结果

时间(d)	外观	pH 值	标示量(%)	降解产物
0	无色澄明液体	4.09	93.9	未见
1	微黄色澄明液体	4.15	96.9	有分解斑点
3	微黄色澄明液体	4.14	109.6	有分解斑点
5	黄棕色澄明液体	4.09	115.0	有分解斑点
10	黄棕色澄明液体	4.03	147.1	有分解斑点

注: 葡萄糖在该条件下无变化, 故其含量结果不列入表中, 下同。