

双波长分光光度法测定氧氟沙星葡萄糖注射液中氧氟沙星的含量

周红娇

(云南省荣军康复医院, 云南 昆明 650214)

摘要: 应用双波长分光光度新算法, 以0.1 mol/L 盐酸为溶媒, 选择293.0 nm 为测定波长, 271.5 nm 为等吸收波长, 不经分离, 直接测定氧氟沙星葡萄糖注射液中氧氟沙星的含量, 可消除葡萄糖的分解产物5-羟甲基糠醛(5-HMF)对氧氟沙星含量测定的干扰. 方法简便, 结果可靠. 平均回收率为100.14%, $RSD = 0.38\%$.

关键词: 氧氟沙星注射液; 双波长分光光度法; 药物分析

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-855X(2005)03-0100-03

Determination of Ofloxacin in Glucose Injection by Dual - Wavelength Spectrophotometry

ZHOU Hong-jiao

(Yunnan Disabled Soldier Rehabilitation Hospital, Kunming 650214, China)

Abstract: A new calculative method of dual - wavelength spectrophotometry is used for the determination of ofloxacin in ofloxacin glucose injection. The detection is performed at 293.0 nm as measurement wavelength and 271.5 nm as absorption wavelength, with 0.1 mol/L HCl as resolvent. This simple method determines the contents of ofloxacin directly and accurately, since it does not need separation, which eliminates the interference caused by the decomposition product of glucose. The average recovery is 100.14%, $RSD = 0.38\%$.

Key words: ofloxacin injection; dual - wavelength spectrophotometry; medicine analysis

0 引言

氧氟沙星(ofloxacin)是第三代喹诺酮类抗菌药物, 抗菌谱广, 对革兰氏阴性杆菌有高度活性, 对金黄色葡萄球菌有较好抗菌活性, 对其他革兰氏阳性球菌也有一定抗菌作用. 目前, 测定氧氟沙星葡萄糖注射液中氧氟沙星含量的方法有《中国药典》(2004 增补本) HPLC 法^[1,2], 紫外分光光度法^[3], 差示紫外分光光度法^[4], 零交导数分光光度法^[5]. HPLC 法对仪器要求较高, 基层单位无法满足仪器要求; 紫外分光光度法由于葡萄糖灭菌后, 分解产物在测定波长293 nm处也有吸收, 对测定有一定的影响和干扰. 本文用双波长分光光度新算法^[6]测定注射液中氧氟沙星含量, 可消除葡萄糖灭菌后分解产物5-HMF对测定的干扰, 方法简便, 结果准确.

1 实验

1.1 原理

在选定的两个波长 λ_1 、 λ_2 测定时, 待测组分和干扰组分的吸收度值分别以 A_1^s 、 A_2^s 和 A_1^R 、 A_2^R 表示, 由于干扰组分的影响, 在 λ_1 、 λ_2 处测得吸收度值 A_1 、 A_2 是待测组分和干扰组分的混合吸收度值, 则 $\Delta A = A_1 - A_2$, 根据双波长法测定依据: $A_1^R = A_2^R$, 则 $\Delta A = A_1 - A_2 - (A_1^R - A_2^R) = (A_1 - A_1^R) - (A_2 - A_2^R) = A_1^s - A_2^s$. 设 $k = A_2^s/A_1^s$, 则 $A_1 - A_2 = A_1^s - kA_1^s$, $A_1^s = (A_1 - A_2)/(1 - k)$.

收稿日期: 2005-01-18.

作者简介: 周红娇(1965~), 女, 主管药师. 主要研究方向: 药物分析.

1.2 仪器与试剂

紫外分光光度计:日本岛津 uv-3000;

氧氟沙星对照品:红河州药检所提供(符合《中国药典》2000年版规定);

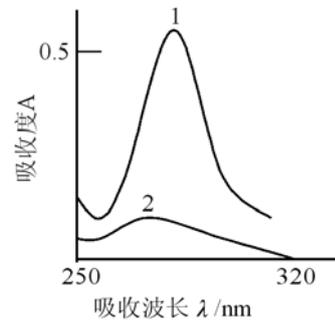
氧氟沙星葡萄糖注射液:四川科伦药业股份有限公司,规格:100 mL,氧氟沙星0.2 g,葡萄糖5 g.

0.1 mol/L盐酸溶液:用分析纯盐酸配制.

1.3 实验方法

1.3.1 测定条件的选择

准确称取在 105℃ 干燥至恒重的氧氟沙星对照品 50 mg,用 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解,并稀释至 100 mL,摇匀,得 0.5 mg/L 氧氟沙星贮备液,备用.称取葡萄糖适量,用水配成 5% 葡萄糖贮备液,灭菌备用.分别取两贮备液 10 mL,用 0.1 mol/L 盐酸稀释至 100 mL,再分别取 1 mL,用 0.1 mol/L 盐酸稀释至 100 mL,得 5 μg/mL 的氧氟沙星液及 500 μg/mL 的葡萄糖液,以 0.1 mol/L 盐酸为空白,在 250 ~ 320 nm 波长范围内测定氧氟沙星和葡萄糖的分解产物 5-HMF 的紫外吸收光谱图(见图 1),氧氟沙星和 5-HMF 的最大吸收分别在 293.0 nm 和 284.0 nm 处,与药典一致.选择氧氟沙星的最大吸收波长 293.0 nm 为测定波长,5-HMF 在此波长处也有吸收.固定测定波长 293.0 nm,用三种不同浓度的 5-HMF 分别测定吸收度值,选出 5-HMF 的等吸收波长为 271.5 nm.



1—氧氟沙星的紫外吸收曲线
2—5%葡萄糖中5-HMF的紫外吸收曲线

图1 氧氟沙星和5%葡萄糖吸收光谱图
Fig.1 The spectrophotometry of ofloxacin and 5% glucose

1.3.2 K 值、 A_1^s 值的计算及线性关系试验

精密量取氧氟沙星贮备液及葡萄糖贮备液 0.6、0.8、1.0、1.2、1.4 mL,用 0.1 mol/L 盐酸分别配成含氧氟沙星 3、4、5、6、7、8 μg/mL 的溶液,在 293.0 nm 及 271.5 nm 波长处测定吸收度 A_1 、 A_2 ;精密量取氧氟沙星贮备液 0.6、0.8、1.0、1.2、1.4、1.6 mL,用 0.1 mol/L 盐酸配成 3、4、5、6、7、8 μg/mL 的溶液,在 293.0 nm 处测定 A_1^s ,结果见表 1.

表 1 不同浓度氧氟沙星在双波长处测定值

Tab.1 The determination of the ofloxacin of different concentration in dual-wavelength

氧氟沙星浓度 $C/\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	$A_1/293.0 \text{ nm}$	$A_2/271.5 \text{ nm}$	$A_1^s/293.0 \text{ nm}$	k 值	k 平均值
3.0	0.275	0.080	0.315	0.381	
4.0	0.366	0.106	0.425	0.388	
5.0	0.458	0.135	0.522	0.381	
6.0	0.550	0.160	0.630	0.381	0.384
7.0	0.641	0.186	0.745	0.389	
8.0	0.733	0.213	0.845	0.385	

回归方程为 $c(\mu\text{g}/\text{mL}) = 0.00667 + 0.1062 A_1^s$, $r = 0.9998$ ($n = 6$), 在 3.0 ~ 8.0 μg/mL 浓度范围内, A_1^s 与浓度 c 线性关系良好,符合比耳定律.

1.3.3 稳定性试验

取上述 4、5、6、7 μg/mL 四种浓度的溶液,在室温、自然光照条件下,分别于 0、4、8、12、24 h 测定,其吸收度几乎无变化.

1.3.4 回收试验

按氧氟沙星葡萄糖注射液处方(100 mL 含氧氟沙星 0.2 g、葡萄糖 5 g),配制模拟试验注射液,高压灭菌后,用 0.1 mol/L 盐酸稀释成含氧氟沙星约为 5 μg/mL 的溶液,按上述方法,在 293.0 nm 及 271.5 nm 波长处测定吸收度 A_1 、 A_2 ,计算出 A_1^s ,再代入回归方程计算回收率为 100.14%, $RSD = 0.38\%$, $n = 5$. 结果见表 2.

表2 回收试验和对照试验

Tab.2 The results of recovery and contrast test

序号	双波长法					药典法(2004 增补本, HPLC 法)			
	投入量	测得量	回收率/%	平均/%	RSD/%	测得量	回收率/%	平均/%	RSD/%
1	0.200 5	0.200 9	100.2			0.199 8	99.6		
2	0.202 2	0.201 8	99.8			0.201 4	99.2		
3	0.203 0	0.202 3	99.7	100.14	0.38	0.202 3	100.2	99.84	0.51
4	0.201 5	0.202 7	100.6			0.202 0	99.7		
5	0.202 9	0.203 7	100.4			0.204 0	100.5		

1.3.5 对照试验

用回收试验配制的灭菌模拟注射液,用0.1 mol/L盐酸配成0.1 mg/mL的溶液,照《中国药典》(2004 增补本)的 HPLC 方法,测定氧氟沙星的含量,计算回收率,结果见表 2。

2 样品测定

精密量取氧氟沙星葡萄糖注射液样品2.5 mL,用0.1 mol/L盐酸稀释至100 mL,配成5 μ g/mL的溶液,照上述方法在293.0 nm及271.5 nm波长处测定吸收度 A_1 、 A_2 ,计算出 A_1' ,再代入回归方程计算得氧氟沙星的含量,并与药典法比较,结果见表 3。

3 讨论

1) 氧氟沙星葡萄糖注射液中,葡萄糖的分解产物5-HMF 的量受多种因素(如灭菌的压力、温度、时间、溶液的 pH 值、贮存时间等)影响,不同批号5-HMF 量不同,导致其对氧氟沙星含量测定的干扰程度不同,本文用双波长分光光度新算法,不经分离,直接测定氧氟沙星含量,有效消除5-HMF 的干扰。

2) 本法简便快速,以0.1 mol/L盐酸为溶剂,吸收波长和吸收度都很稳定,测定结果准确可靠,适于基层单位无 HPLC 仪器时的一种定量方法。

3) 本文所做工作方程在不同仪器、不同工作条件下可能有所不同,需另行校正。

4 结论

本文应用双波长分光光度新算法,直接测定氧氟沙星葡萄糖注射液中氧氟沙星的含量,可消除葡萄糖的分解产物5-羟甲基糠醛(5-HMF)对氧氟沙星含量测定的干扰,方法简便,结果可靠。可作为基层单位无 HPLC 仪器时的一种定量方法。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典委员. 中华人民共和国药典(增补本)[S]. 北京. 化学工业出版社,2004. 70.
- [2] 曹海. 氧氟沙星葡萄糖注射液的 HPLC 测定[J]. 中国医药工业杂志,1998,29(12):560.
- [3] 黄夕野. 紫外分光光度法测定氧氟沙星葡萄糖注射液的含量[J]. 中国药事,1997,11(5):327~328.
- [4] 景艳萍. 差示分光光度法测定氧氟沙星葡萄糖注射液中氧氟沙星的含量[J]. 滨州医学院学报,2002,25(3):230.
- [5] 邓水德. 零交叉导数分光光度法测定氧氟沙星葡萄糖注射液中氧氟沙星的含量[J]. 中国药事,2002,16(5):301~302.
- [6] 林峰,等. 双波长分光测定的新算法及其应用[J]. 中国药学杂志,1990,25(3):161~162.

表3 氧氟沙星测定结果($n=3$)

Tab.3 The analysis result of Ofloxacin.

样品批号	标示量/%	
	双波长法($x \pm SD$)	药典法($x \pm SD$)
040422	102.5 \pm 0.13	101.2 \pm 0.29
040415	100.8 \pm 0.20	100.3 \pm 0.25
041027	99.4 \pm 0.19	98.6 \pm 0.05
041025	98.6 \pm 0.27	99.2 \pm 0.11