

Abstract The method for determination of ofloxacin capsules by uv spectrophotometry with 0.1mol/L HCL as solvent was reported. The average recovery and RSD were 99.51% and 0.60% (n=9) respectively. The average RSD of sample assay was 0.9% (n=6).

Key Words ofloxacin capsules; UV spectrophotometry

氧氟沙星(ofloxacin)属喹诺酮类抗生素。因其具有抗菌谱广,抗菌力强,毒副作用轻,耐药性小等优点,已受到临床的重视^[1]。主要用于治疗呼吸道、尿道、生殖器官等的感染。已报道氧氟沙星制剂的含量测定方法有高效液相色谱法、紫外分光光度法等^[2,3],其中紫外分光光度法线性关系及稳定性均好。我们用该法测定氧氟沙星胶囊的含量,取得了满意的结果。

一、仪器与试剂

UV8500 II 型紫外分光光度计(上海天美仪器厂)。

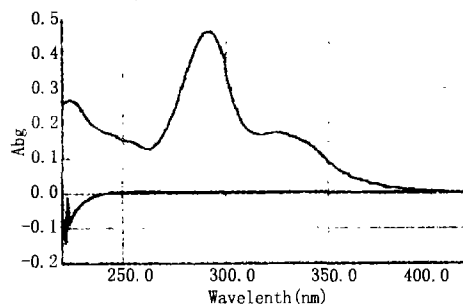
氧氟沙星:江苏昆山双鹤药业有限公司,批号:990703,含量 99.3%;氧氟沙星胶囊:郑州化学药业有限公司,规格:0.2g;辅料:淀粉;溶剂:盐酸(分析纯),开封化学试剂厂。

二、方法和结果

1. 样品溶液的制备 取氧氟沙星胶囊内容物适量,研细,精密称取适量(约相当于氧氟沙星 25mg),置 50ml 量瓶中,加适量 0.1mol/L 盐酸溶液,振摇使溶解,加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过。弃去初滤液,精密吸取续滤液 3ml 置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。精密吸取 10ml 置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀即得。

2. 紫外吸收光谱的测定 按处方比例称取各辅料,置 50ml 量瓶中,按样品溶液制备方法制备,得空白溶液。分别取空白溶液和样品溶液,在 220~420nm 波长范围内测定其紫外吸收光谱,结果见附图。氧氟沙星在 225、293、326nm 波长处分别具有吸收峰,以 293nm 波长处的吸收度最强。而制剂中的辅料在此波长处的吸收度为 0。故本实验选用

293nm 为测定波长。



附图 oflox 紫外吸收谱图

3. 回收率试验 取氧氟沙星对照品约 25mg,精密称定,加入处方量的辅料,混匀。按样品溶液的制备方法制备。于 293nm 波长处测定其吸收度,计算回收率。平均回收率为 99.51%,RSD 为 0.60%,n=9

4. 胶囊剂的含量测定 取氧氟沙星胶囊内容物适量,研细,精密称取适量(约相当于氧氟沙星 25mg),置 50ml 量瓶中,按样品制备方法制得样品溶液,于 293nm 波长处测定其吸收度;另取氧氟沙星对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.93mg 的溶液,同法测定,计算胶囊剂的含量。

三、讨论

在仪器设备有限的情况下,利用本法测定氧氟沙星胶囊的含量,操作简单,快速,并具有较好的回收率和精密度,作为一种内控方法可基本满足质量控制的要求。

参考文献

- [1] 刘晓园. 氟喹酮的药代动力学和临床应用. 国外医药(抗生素分册),1991,12(2):137
- [2] 部颁标准 WS-287(x-245)-93
- [3] 张慧,等. 紫外分光光度法测定氧氟沙星颗粒剂的含量. 药物分析杂志,1996,16(1):9

HPLC 法测定明目二十五味丸中大叶茜草素的含量

莫日根高娃^① 图雅^② 哈斯高娃^③

①内蒙古蒙药股份有限公司;

②内蒙古通辽市后旗防疫站;

③内蒙古通辽市药品检验所。

摘要 用高效液相色谱法测定蒙成药明目二十五味丸中大叶茜草素的含量。选用 Hypersil C₁₈ 柱, 流动相: 甲醇—水—四氢呋喃(340:60:4); 检测波长: 250nm。试验表明, 本法线性关系良好($r=0.9997$), 平均回收率为: 97.52%, RSD=1.72%。方法简便、准确、稳定性、重现性较好。

关键词 HPLC 法; 明目二十五味丸; 大叶茜草素

Determination of Largeleaf Rubican in Mingmu Twenty-five Ingredients Pill by HPLC

Morigengaowa^① Tuya^② Hasigaowa^③ (①TongLiao Institute for Drug control of Inner Mongolia; ②Inner Mongolia mongolian medicine Co. Ltd; ③TongLiao city Houqi county Epidemic prevention station Inner mongolia)

Abstract An HPLC method is developed for the determination of Largeleaf Rubican in Mingmu twenty-five Ingredients pill. The chromatographic system consists of Hypersil C₁₈ Column and mobile phase of a mixture of methanol-water-tetrahydrofuran(340:60:4), with detection wave length at 250nm. The experiment indicated the calibrate curve was linear($r=0.9997$). The mean recovery was 97.52%, RSD=1.72%. The method is simple, accurate and suitable.

Key Words HPLC Mingmu Twenty-five Ingredients Pill Largeleaf Rubican

明目二十五味丸, 蒙药名陶特日呼—25, 是由人参、草决明、枸杞子、茜草、五味子、麝香等二十五味药组成的成方制剂, 是一种常用的传统蒙药制剂, 具有清热凉血、通经、去翳、明目之功能。用于目赤、眼花、眼干、白内障、白翳、云翳, 各种眼底病变, 视力减退。《内蒙古蒙成药标准》1988 年版中收载该品种, 但是没有明确的质量控制手段, 只有性状及常规检查项目。为了提高其质量控制手段, 我们采用 HPLC 法对明目二十五味丸中大叶茜草素进行了检测方法的研究。

一、仪器和试剂

1. 仪器: FRANK—2000 型高效液相色谱仪(中国大连), 紫外—可变波长检测器, FRANK—2000 汉化色谱工作站, TP—300 超声波清洗机, 色谱柱: Hypersil(200×4.6mm, 粒度 5 μ m)。

2. 试剂与试药 甲醇(色谱纯, 天津天大化学试剂厂); 水为高纯水。其它试剂均为分析纯。

3. 样品 对照品: 大叶茜草素(由中国药品生物制品检定所提供, 供含量测定用); 样品: 内蒙古库伦蒙药有限公司蒙药厂生产, 批号为 20011118; 20020315; 20020708。

二、色谱条件

流动相: 甲醇—水—四氢呋喃(340:60:4); 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 流速 1.0ml/min; 柱温 30℃; 检测波长为 250nm; 进样量: 10 μ l。

三、实验与结果

1. 对照品溶液的制备

精密称取大叶茜草素对照品 8.04mg, 置 100ml 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

(每 1ml 含大叶茜草素 80.4 μ g)。

2. 供试品溶液的制备

取本品约 4g, 研细, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加甲醇 25ml, 称定重量, 浸泡过夜, 超声处理 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取滤液, 即得。

3. 线性关系的考察

分别精密量取对照品溶液 2、4、6、8、10 μ l 注入色谱仪中, 分别测定峰面积积分值, 以其为纵坐标, 相应的浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 结果表明大叶茜草素在 0.1608~0.8040 μ g 范围内呈良好的线性关系。回归方程: $A = 41055 + 6906170 \times C$, $r = 0.9997$ 。测定结果见表 1。

表 1 标准曲线测定结果

进样量(μ g)	0.1608	0.3216	0.4824	0.6432	0.8040
积分值	1162707	2290901	3331207	4434851	5643301

4. 重现性实验 取同一批号(20020922)明目二十五味丸供试品 5 份, 每份取样量约 4g, 精密称定, 分别按样品分析项下方法操作测定每份的含量, 结果见表 2。

表 2 重现性试验结果

样品号	样品量(g)	峰面积值	含量(mg/g)	平均含量(%)	RSD(%)
1	4.4346	2850274	0.308	0.3146	1.72
2	4.0256	3653976	0.322		
3	3.6571	3206096	0.311		
4	4.5307	4023041	0.315		
5	3.6604	3270944	0.317		

5. 加样回收试验

取已知大叶茜草素含量(0.30mg/g)的明目二十五味丸(批号:20011118)5份,各2.5g,精密称定,分别置具塞锥形瓶中,再分别精密加入大叶茜草素对照品溶液(精密称取大叶茜草素对照品8.04mg,置100ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀)10ml,按样品分析项下方法操作并测定含量,计算回收率,结果平均回收率为97.52%,RSD为1.72%,结果见表3。

表3 加样回收试验结果

序号	样品量(g)	供试品中大叶茜草素的量(mg)	对照品的加入量(mg)	测得总量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	2.3460	0.7038	0.804	1.494	98.23		
			0.804	1.493			
2	2.5317	0.7595	0.804	1.537	96.90		
			0.804	1.539			
3	2.5229	0.7569	0.804	1.541	97.46	97.52	1.72
			0.804	1.540			
4	2.6132	0.7840	0.804	1.572	97.98		
			0.804	1.571			
5	2.6325	0.7897	0.804	1.569	97.01		
			0.804	1.571			

6. 样品分析

按上述色谱条件,样品与对照品进样各10 μ l,每批试样平行检测三次,以外标法计算含量。该条件下大叶茜草素的保留时间为10.9min(色谱图见图1、2)。含量结果见表4。

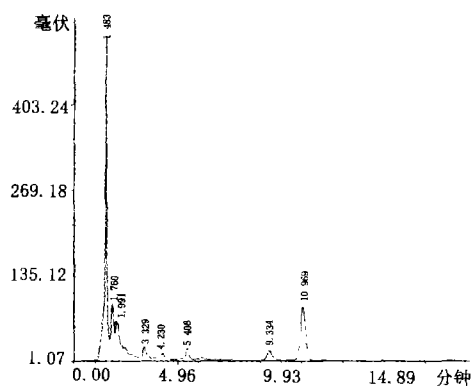


图1 大叶茜草素(样品色谱图)

7. 阴性对照试验

取按处方量并以相同工艺制备的阴性对照品(缺茜草),操作同样品分析项下方法,测得结果为:阴性对照品色谱图中在与大叶茜草素对照品色谱图

相对应的保留时间处无色谱峰出现,表明其它组分对明目二十五味丸中大叶茜草素的测定无干扰(色谱图见图3)。

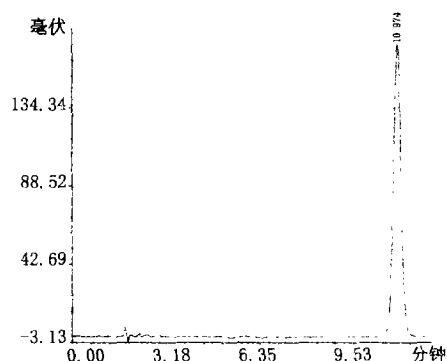


图2 大叶茜草素(对照品色谱图)

表4 样品中大叶茜草素的含量测定结果

批号	样品量(g)	峰面积值	含量(mg/g)	平均含量(mg/g)	RSD(%)
		3.6715	3183010	0.309	
20011118	4.9550	3326158	0.292	0.297	3.3
	4.0532	3128252	0.292		
	2.8089	2671558	0.346		
20020315	2.8097	2591220	0.335	0.339	1.7
	2.8013	2622247	0.338		
	1.6144	4049471	0.318		
20020708	4.6090	1016689	0.317	0.319	0.8
	4.6123	1110456	0.322		

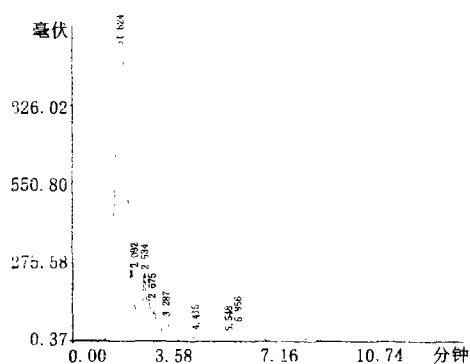


图3

四、讨论

1. 系统适用性试验 理论塔板数: $N > 4000$;拖尾因子: $T = 1.04$ 。检测过程中系统稳定。

2. 样品测定试验 $RSD < 3.3$ 。明目二十五味丸中大叶茜草素含量太低,影响检测的灵敏度,使得RSD值偏高。

3. 本法主要参考《中国药典》2000 年版一部“茜草”项下的[含量测定]方法,但出峰时间太慢,经过反复实验,流动相改为甲醇—水—四氢呋喃(340:60:4)之后出峰时间合适,能够达到基线分离。

4. 本法简便、灵敏、准确、专属性强,故认为可

作控制明目二十五味丸的检测方法。

参考文献

[1] 中国药典 2000 年版一部:187

[2] 内蒙古蒙成药标准 1988 年版:246

HPLC 法测定棕榈氯霉素 B 型片含量

关日晴(广东省药品检验所 广州 510180)

摘要 目的:建立高效液相色谱法,测定棕榈氯霉素(B)型片中的棕榈氯霉素含量。方法:用 C_8 柱,1mol/L 醋酸溶液—甲醇(18:82)为流动相,检测波长 273nm。结果:进样量在 2.0~3.0 μ g 范围内与主峰面积线性关系良好($r=0.9997$),平均回收率 100.0%(RSD 0.73%),重复进样 RSD 0.50%($n=6$),主峰与氯霉素峰分离度 31.9。结论:本法用于测定棕榈氯霉素(B)型片中棕榈氯霉素含量专属性强,可排除游离氯霉素等有关物质的影响,测定准确快速。

关键词 棕榈氯霉素;片剂;高效液相色谱;含量测定

Assay of Chloramphenicol Palmitate (Polymorph B) Tablets by HPLC

Guan Riqing(Guangdong Provincial Institute for Drug Control, Guangzhou, China, 510180)

Abstract Objective: A HPLC method was established for the assay of chloramphenicol palmitate (polymorph B) tablets. **Methods:** The HPLC conditions were C_8 column, 1 mol/L acetic acid solution-methanol(18:82) as mobile phase, and 273 nm as the detecting wavelength. **Results:** The main ingredient was successfully resolved to all the relative substances. The resolution between chloramphenicol palmitate peak and chloramphenicol peak was 31.9. The standard curve was rectilinear within the injecting quantity range of 2.0~3.0 μ g($r=0.9997$). The average recovery was 100.0%(RSD 0.73%). RSD for replications was 0.50% ($n=6$). **Conclusion:** This is a specific, accurate and reliable method for the assay of chloramphenicol palmitate (polymorph B) tablets.

Key words chloramphenicol palmitate; tablets; HPLC

棕榈氯霉素(B)型片只在中国药典中有收载,而美国药典、英国药典以及日本药局方中均未收载。其含量测定方法为紫外分光光度法^[1],但标准中未设有关物质的限量检查,故不能排除有关物质的干扰。本文报道的高效液相色谱法,专属性强,结果准确。

一、仪器与试剂

美国 TSP 公司 P1000 高效液相色谱仪(配 UV1000 检测器);美国 Beckman 公司 126 高效液相色谱仪(配 168 二极管阵列检测器);大连依利特公司产辛烷基硅烷化键合硅胶柱(4.6 $\times$ 200mm, 10 μ m)。

棕榈氯霉素国家对照品,经 HPLC 标定含量为 98.4%(UV 法测定结果基础上用 HPLC 归一法色谱纯度校正测得);棕榈氯霉素(B)型片供试品为上海某药厂生产;冰醋酸为分析纯,甲醇为色谱纯。

二、方法与结果

1. 色谱条件与测定方法 以辛烷基硅烷化键合硅胶为填料;以 1mol/L 醋酸溶液—甲醇(18:82)为流动相;检测波长 273nm;流速 1.5ml/min;柱温为室温。

精密称取棕榈氯霉素对照品,用甲醇溶解制成每 1ml 约含棕榈氯霉素 250 μ g 的溶液,作为对照品溶液;另精密称取研成粉末的棕榈氯霉素(B)型片供试品适量,用甲醇溶解制成每 1ml 约含棕榈氯霉素 250 μ g 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液。取两种溶液各进样 10 μ l,用外标法以主峰面积定量。棕榈氯霉素(B)型片的色谱图如图 1。

2. 专属性 取棕榈氯霉素对照品适量,喷洒水雾使湿润,在 5000lx 灯光照射下置 50 $^{\circ}$ C 加热 5h 使降解破坏,按以上方法用适量甲醇溶解后滤过进样,测得色谱图如图 2,棕榈氯霉素主峰柱效 7000,拖尾