

- [2] 中国药物大全·西药卷. 北京: 人民卫生出版社, 1991; 302
- [3] 张华安. 环丙氟哌酸片的紫外分光光度含量测定法. 西北药学杂志, 1991; 6(4): 12
- [4] 庞贻慧等. 药物稳定性预测方法. 第一版, 北京: 人民卫生出版社, 1984; 76
- [5] 徐叔云等. 药理实验方法学. 第二版. 北京: 人民卫生出版社, 1991; 207

甲苯磺酸托氟沙星胶囊溶出度测定方法的研究

袁国平 朱宝琬

(浙江省台州市药检所 台州 317000)

摘要 本文报道用盐酸液(0.1mol/L)作溶剂,以转篮法测定甲苯磺酸托氟沙星胶囊的溶出度,按本实验测得的吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 738 计算主药的溶出量。本法简便、灵敏、准确,甲苯磺酸托氟沙星的平均回收率为 100.2%, RSD = 0.45% (n = 8)。

关键词 甲苯磺酸托氟沙星胶囊; 溶出度; 转篮法

Study of determination method of dissolution of tosofloxacin tosylate capsules

Yuan Guoping, Zhu Baowan

(Taizhou Institute for Drug Control, Taizhou 317000)

ABSTRACT A basket method was employed for determination of dissolution of tosofloxacin tosylate capsules with hydrochloride acid solution (0.1mol/L) as medium. Calculated the dissolution of tosofloxacin tosylate, taking 738 as the value of $A(1\%, 1\text{cm})$ that it was determined by this test. This method was simple and accurate. The average recovery was 100.2%, RSD = 0.45% (n = 8).

KEY WORDS tosofloxacin tosylate capsules, dissolution, basket method

甲苯磺酸托氟沙星(Tosofloxacin Tosylate)的化学名为:7-(3-氨基-1-吡咯烷基)-6-氟-1-(2,4-二氢基)-1,4-二氢-4-氧-1,8-萘啶-3-羧酸对甲苯磺酸水合物,属喹诺酮类抗菌药,对需氧菌和厌氧菌均有广泛的抗菌作用^[1]。我们对其胶囊剂的溶出度的测定方法进行了研究,现将结果报告如下。

一、仪器与试剂

美国汉森 SR-72 型药物溶出仪;日本岛津 UV-265FW 型分光光度计,国产 TU-1000 型,WF2-800D₂ 型,53WB 型,7250 型紫外

分光光度计;甲苯磺酸托氟沙星精制品(含量 99.9%),甲苯磺酸托氟沙星胶囊(150mg/粒),空胶囊,均由厂方提供;试剂均为 AR 级。

二、方法与结果

(一)溶剂及测定方法的选择

甲苯磺酸托氟沙星在水中难溶,而在酸性溶液中其溶解度可达到溶出度测定要求,经试验选用盐酸液(0.1mol/L)作为本实验的溶剂。取甲苯磺酸托氟沙星及含相应空胶囊量的空胶囊溶液,分别用盐酸液(0.1mol/L)配制成溶液,在 390~210nm 波长范围内扫描

得到紫外吸收光谱(见图1)。甲苯磺酸托氟沙星在346, 271及219nm波长处有最大吸收, 271nm处的吸收最大, 可作为测定波长。在此波长处空胶囊无吸收, 不干扰测定。

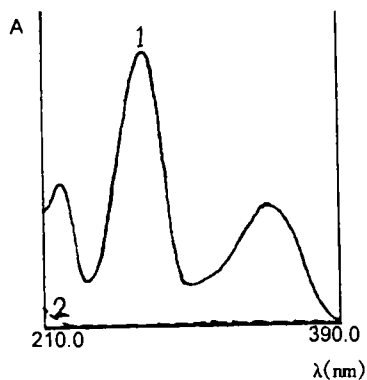


图1 紫外吸收光谱

1. 甲苯磺酸托氟沙星
2. 空胶囊

(二) 线性关系

精密称取经105℃干燥至恒重的甲苯磺酸托氟沙星精制品约20mg, 置100ml量瓶中, 用盐酸液(0.1mol/L)溶解并稀释至刻度。再分别稀释成含2, 4, 6, 8, 10, 12μg/ml的溶液, 按分光光度法^[2], 分别在271nm波长处测定吸收度, 求得线性回归方程为: $C = 13.518A + 0.0004$ $r = 0.9999$, 表明甲苯磺酸托氟沙星在2~12μg/ml浓度范围内, 吸收度与浓度呈良好的线性关系。

(三) 稳定性试验

取上项溶液(6及10μg/ml), 在室温下立即测定与放置3, 6及24h测定, 其吸收度值几乎无变化, 说明本品在盐酸液(0.1mol/L)中是稳定的。

(四) 吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)的测定

精密称取经105℃干燥至恒重的甲苯磺酸托氟沙星精制品适量, 用盐酸液(0.1mol/L)配制成含5及10μg/ml的溶液, 用前述5台不同型号的紫外分光光度计测定(测定前每台仪器均按药典规定^[2]进行校正), 在271nm波长处分别测定吸收度, 计算吸收系数, 经统计学处理得吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为738,

RSD为0.22%。

(五) 回收率试验

精密称取经105℃干燥至恒重的甲苯磺酸托氟沙星精制品约15mg, 置100ml量瓶中, 加入空胶囊溶液(空胶囊1粒, 置100ml量瓶中, 加0.1mol/L盐酸液适量, 振摇使溶并稀释至刻度)10ml及适量盐酸液(0.1mol/L)使溶并稀释至刻度, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液5ml, 置100ml量瓶中, 加盐酸液(0.1mol/L)至刻度, 摇匀, 按分光光度法^[2]在271nm波长处测定吸收度, 按吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为738计算测得量及回收率, 经统计得平均回收率为100.2%, RSD=0.45% (n=8)。

(六) 溶出曲线的制备

取本品1粒, 照溶出度测定法第一法^[3], 以盐酸液(0.1mol/L)100ml为溶剂, 转速为75r/min, 依法操作, 分别在2, 5, 10, 20, 30, 45min时取样10ml, (同时补入预热到37℃的溶剂10ml), 滤过, 精密量取续滤液5ml, 置100ml量瓶中, 加盐酸液(0.1mol/L)至刻度, 摇匀, 按分光光度法^[2], 在271nm处测定吸收度, 按吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为738计算出各时间的平均累积溶出量, 并绘制出相应的溶出曲线, 见图2。

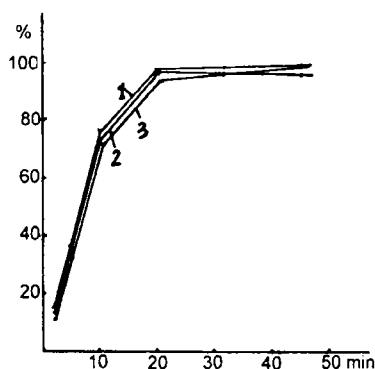


图2 各批样品溶出曲线

1. 960401批
2. 960402批
3. 960403批

(七) 溶出度的均一性试验

取一批样品按上法测定溶出度, 结果见表1。

(八) 样品的测定

取本品,按上法操作,至 30min 时取样测定,结果见表 2。

表 1 溶出度的均一性试验结果

序号	累积溶出百分率(%)					
	2	5	10	20	30	45(min)
1	11.25	31.62	69.23	93.82	96.32	95.93
2	13.41	33.82	68.75	98.24	98.65	99.53
3	12.83	37.15	70.67	97.78	96.91	98.50
4	14.14	36.25	76.92	93.45	95.61	96.23
5	12.83	35.88	77.21	98.53	100.31	99.87
6	13.30	38.52	75.86	95.51	97.63	98.51
平均值	12.96	35.54	73.11	96.22	97.57	98.10
SD	0.96	2.47	3.97	2.27	1.70	1.66
RSD(%)	7.40	6.94	5.43	2.36	1.74	1.69

表 2 样品溶出度测定结果(%)

批号	1	2	3	4	5	6
960401	89.25	88.82	96.23	94.51	96.87	100.32
960402	94.43	97.12	89.27	91.26	94.25	98.34
960403	94.91	92.80	94.83	96.34	92.49	101.12
960524	96.08	97.03	96.91	95.57	100.32	98.12
960525	92.49	90.38	96.80	97.49	95.24	99.81

三、讨论

1. 本文采用的方法简便、灵敏、准确,回收率及线性关系均较好。用本法对某药厂试产的 5 批样品进行测定,30min 取样测得的溶出度均不低于 75%。

2. 本胶囊剂中未加辅料,有可能对溶出度测定产生干扰的只有空胶囊,故本实验只考虑空胶囊对测定的干扰情况。

3. 测定的溶剂曾选用过水和磷酸盐缓冲液(pH7.0 及 pH5.0 两种),但这些溶剂对

主药的溶解度均达不到溶出度测定要求。最后选用盐酸液(0.1mol/L),测定效果良好。选用转篮法则是为了避免用浆法测定时经常出现的胶囊上浮问题。转速曾试过用 100r/min,但对同批样品的测定结果与用 75r/min 时基本一致,故选用较低的 75r/min。

参考文献

- [1]江一帆编.世界最新药物手册.第 1 版.北京:中国医药科技出版社,1994:98
- [2]中国药典 1995 年版.二部,1995:附录 18
- [3]中国药典 1995 年版.二部,1995:附录 66

双香珍药膏透皮制剂的质量研究

张 鹏 闫雪莹 李 春 金贞顺*

(黑龙江中医药大学药学院 哈尔滨 150040)

摘要 双香珍药膏是新研制的中药经皮给药制剂,本文针对所用基质采用不同方法进行了含量测定的考查,结果用醋酸乙酯超声提取法方法易行,并考查了方法学和含量测定。

关键词 透皮给药制剂;含量测定;冰片;气相色谱

本室经多年对经皮给药制剂的研究,研

用聚丙烯酸树脂加入其他辅料制成长效体外给药的中药制剂,其中双香珍药膏已批准生

* 绥化地区药检所