

氯强酞滴耳剂中氯霉素含量测定

李月梅, 辛小宽(中国人民解放军第155医院, 河南 开封 475003)

摘要 目的: 研究氯强酞滴耳剂中氯霉素含量的直接测定方法。方法: 应用联立方程新解法(新 Vierordt 法), 不经分离, 直接测定其主药氯霉素的含量。结果: 该法排除了强的松的干扰, 氯霉素含量平均回收率 100.26%, RSD 为 0.47%。结论: 该法测定氯霉素含量简便、快速、准确。

关键词 氯强酞滴耳剂; 制备; 含量测定

中图分类号: R943

文献标识码: A

文章编号: 1006-0111(2008)05-0370-02

氯强酞滴耳剂为我院临床应用多年的五官科滴耳剂, 具有抗菌消炎等作用, 治疗化脓性中耳炎有较理想的疗效。该制剂由氯霉素和强的松组成, 因两药紫外都有吸收, 互相干扰, 而且处方量相差较大, 故无法进行含量测定。本文采用联立方程新解法, 直接测其主药氯霉素的含量, 排除了强的松的干扰, 方法简便快速、准确。

1 仪器与药品

UV-2401 型紫外可见分光光度计(日本岛津); 氯霉素、强的松对照品(中国药品生物制品检定所); 氯霉素、强的松原料(均符合中国药典 2005 版); 氯强酞滴耳剂(本院药械科制剂室配制)。

2 实验方法与结果

2.1 制备工艺 将强的松研细过筛, 溶于 50 mL 乙醇中, 另取 1-2 丙二醇 25 mL 加热, 80 °C 溶解氯霉素后, 将两液混合, 加 45% 乙醇至足量即得。

2.2 含量测定

2.2.1 紫外吸收光谱 称取氯霉素、强的松适量, 用 45% 乙醇溶解并稀释成 20 μg/mL 浓度的溶液, 以 45% 乙醇为空白, 于 UV-2401 型紫外可见分光光度计上在 200~400 nm 之间扫描: 氯霉素在 278 nm 处, 强的松在 240 nm 处有最大吸收峰, 与文献相符。选其为测定波长。

2.2.2 吸收比 α 、 β 统计值的测定 分别配制浓度为 20 μg/mL 的氯霉素和强的松溶液, 在 278 nm 和 240 nm 处测吸收值, 计算 α 和 β 值。经统计分析表明, α 、 β 重现性良好。 $\alpha = A_{278 \text{ nm}}^{\text{强的松}} / A_{240 \text{ nm}}^{\text{强的松}} = 0.223$, $\beta = A_{240 \text{ nm}}^{\text{氯霉素}} / A_{278 \text{ nm}}^{\text{氯霉素}} = 0.268 (n=20)$ 。

2.2.3 回收率试验 按处方比例精密称取氯霉素、强的松对照品, 溶于 45% 乙醇, 制成 3 批模拟样品分别在 278 nm 和 240 nm 处测定吸收值, 代入下式计算出 $A_{278 \text{ nm}}^{\text{氯霉素}}$, 再按氯霉素的吸收系数($E_{1 \text{ cm}}^{1\%}$) 为 298 计算, 即得。回收率试验结果见表 1。 $A_{278 \text{ nm}}^{\text{氯霉素}} = (A_{278 \text{ nm}}^{\text{样品}} - \alpha A_{240 \text{ nm}}^{\text{样品}}) / (1 - \alpha\beta)$ 。

表 1 氯霉素回收率试验结果

| 样品 | $A_{278 \text{ nm}}$ | $A_{240 \text{ nm}}$ | $A_{278 \text{ nm}}^{\text{氯霉素}}$ | 测得量(μg/mL) | 理论量(μg/mL) | 回收率(%) | RSD(%) |
|----|----------------------|----------------------|-----------------------------------|------------|------------|--------|--------|
| 1 | 0.750 | 0.304 | 0.725 | 24.32 | 24.16 | 100.66 | |
| 2 | 0.661 | 0.224 | 0.650 | 21.82 | 21.74 | 100.38 | |
| 3 | 0.587 | 0.207 | 0.575 | 19.28 | 19.33 | 99.74 | |
| X | | | | | | 100.26 | 0.47 |

2.2.4 样品测定 取三批样品, 用 45% 乙醇稀释(约含氯霉素 20 μg/mL)后, 在 278 nm 和 240 nm 处测定吸收值, 计算方法同回收率试验, 结果见表 2。

3 讨论

3.1 根据报道, 新 Vierordt 法在复方制剂分析中,

只要满足 $\alpha\beta < 0.5$ 和 $A_{240 \text{ nm}}^{a+b} / \beta A_{278 \text{ nm}}^{a+b} > 1.2$ 以及 $A_{278 \text{ nm}}^{a+b} / \alpha A_{240 \text{ nm}}^{a+b} > 1.2$ 两个条件, 就可获得满意的结果, 本实验均满足以上条件。

3.2 本实验选择各组分的各自吸收峰波长为测定波长, 测定误差小, 且使 $\alpha\beta$ 尽可能小, 提高了方法的灵敏度。

3.3 氯强酞滴耳剂处方中氯霉素与强的松的用量比例是 25:1, 相差比较大。从结果上看氯霉素的

平均回收率 100.26%，比较满意，而强的松则误差很大。故新 Vierordt 法测定复方制剂，只适合处方量相近或吸收值相近的药物。

表 2 样品测定结果

| 批号 | A _{278nm} | A _{240nm} | A ₂₇₈ ^{氯霉素} | 测得量 (μg/mL) | 标示量 (μg/mL) |
|----------|--------------------|--------------------|---------------------------------|----------------|----------------|
| 20070403 | 0.552 | 0.141 | 0.554 | 18.59 | 92.95 |
| 20070417 | 0.582 | 0.135 | 0.587 | 19.70 | 98.50 |
| 20070508 | 0.579 | 0.146 | 0.582 | 19.53 | 97.65 |
| 20070710 | 0.633 | 0.240 | 0.610 | 20.47 | 102.35 |

本实验采用此法只测定复方制剂中主药的含

量，排除了其它药物的干扰，方法简便、快速、准确可靠。

参考文献：

[1] 徐嘉凉,俞善辉,易大年. 联立方程的新解法及其在复方制剂中的应用[J]. 药学学报,1990,9(2):626.
 [2] 彭学莲,崔苏镇,张岩,等. 联立方程新解法测定复方氯霉素醇溶液的含量[J]. 军队医药,1999,9(2):21.
 [3] 李祥,俞炳林. 联立方程新解法测定氯霉素滴眼液中氯霉素含量[J]. 解放军药学学报,2003,19(4):304.
 [4] 刘庭华. 应用联立方程组新解法测定两种复方制剂中两组分的含量[J]. 药学实践杂志,2003,21(5):293.

收稿日期:2008-01-09

(上接第 363 页)

2.8.2 水溶性成分含量比较 用 2.7.2 方法处理栽培紫花丹参根茎叶,栽培白花丹参根茎叶,野生紫花丹参根茎叶的样品,滤液在流动相 A(水:二甲基甲酰胺:冰醋酸=94:4.2:2.1)-B(甲醇)(90:10)条件下进样,提取色谱图波长为 281 nm。

3 讨论

3.1 色谱条件的选择 Okamura^[12] 等曾报道丹参酮类化合物的高效液相含量测定方法,采用梯度洗脱,氯仿-甲醇(2:1)混合液为提取剂,操作复杂。本文以 90%乙醇为溶剂,浸泡 6 h,超声提取 30 min,并采用等度洗脱,操作简便易行,方法的回收率和重现性良好。丹参素和原儿茶醛的结构中含有邻二酚羟基,易被氧化,水溶液不稳定,本实验用甲醇为溶剂配制对照品溶液,两成分含量基本保持不变;提取时未采用传统的水提醇沉法,而用低浓度的氨水浸泡,避免了酸性成分的损失。

3.2 脂溶性成分比较 3 种丹参茎、叶中脂溶性成分含量甚少或几乎不含;而根中脂溶性成分含量较多,并且栽培的紫花丹参根和白花丹参根中脂溶性成分含量远低于野生的紫花丹参根,这说明了根入药的合理性,也突出了野生丹参根价值所在。

3.3 水溶性成分比较 3 种丹参叶中丹参素的含量仅次于丹参根。而丹参素具有明显扩张冠状动脉并使血流量增加的作用,对血液循环障碍,心肌缺血,心肌梗死也有良好的治疗效果;从这方面来说,丹参叶具有潜在的应用价值。

总之,野生紫花丹参、栽培紫花丹参和白花丹参根中含有丰富的有效成分;丹参叶中丹参素含量较高;丹参茎中有效成分含量较低。研究表明泰山产三种丹参中有效成分含量无明显差异,丹参叶含丰富的丹参素,提示丹参叶也具有一定的药用价值。

参考文献：

[1] 吴泉,何招兵,吴汉斌. 丹参酮的药理作用研究进展[J]. 现代中西医结合杂志,2005,14(10):1382.
 [2] 李以菊,孙泽玲. 丹参的临床应用进展[J]. 实用医技杂志,2006,13(16):2903.
 [3] 闫瑾. 丹参及其有效成分的药理作用研究述略[J]. 中医药学刊,2004,22(9):371.
 [4] 韩凤梅,张玲,陈勇,等. 丹参脂溶性成分的 ESI-MS 行为及其特征图谱研究[J]. 中草药,2006,37(1):122.
 [5] 贾娜,项海芝,杨松松. 丹参水溶性部分丹酚酸的进展述评[J]. 辽宁中医学院学报,2006,8(3):41.
 [6] 常明. 丹参酮 II A 对心血管影响的研究进展[J]. 河南中医,2006,26(1):85.
 [7] 柳丽,张洪泉. 丹参活性成分的现代中药药理研究进展[J]. 中国野生植物资源,2003,22(6):1.
 [8] 闫豫君,杨广德,贺浪冲. RP-HPLC 法同时测定丹参中丹参酮 IIA 和隐丹参酮的含量[J]. 中草药,2002,33(4):363.
 [9] 梁晓原,侯安国,钱子刚. 云南 5 种丹参植物总丹参酮的含量测定[J]. 云南中医中药杂志,1999,20(6):27.
 [10] 凌海燕,赵永丽. 丹参水溶性成分的研究概况[J]. 天然产物研究与开发,1999,11(1):75.
 [11] 杨西晓. 丹参水溶性成分的组织修复作用研究概况[J]. 中医药学报,2004,32(3):73.
 [12] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京:人民卫生出版社,1997.

收稿日期:2007-02-01