

零交导数分光光度法测定乳酸左氧氟沙星葡萄糖注射液中乳酸左氧氟沙星的含量

陈树声¹, 俞蒙² (1. 浙江省新昌药品检验所, 浙江 新昌 312500; 2. 新昌制药厂, 浙江 新昌 312500)

摘要:目的 测定乳酸左氧氟沙星葡萄糖注射液中乳酸左氧氟沙星的含量。方法 采用零交导数分光光度法。结果 乳酸左氧氟沙星在 5.0~17.5ug·mL⁻¹ ($r=0.9998$) 范围内, 吸收度值与浓度呈良好的线性关系, 该方法平均回收率为 100.08%, RSD=0.23%。结论 该方法稳定、简便、快速、准确, 可作为该制剂的质量控制方法。

关键词: 乳酸左氧氟沙星葡萄糖注射液; 零交导数分光光度法; 含量测定

Determination of levofloxacin in levofloxacin glucose Injection by zero-crossing derivative spectrophotometry

CHEN Shu-sheng¹, YU Mong² (1. Zhejiang Xinchang Institute for Drug Control, Xinchang 312500, China; 2. Xinchang Pharmaceutical Factory, Xinchang 312500, China)

ABSTRACT; OBJECTIVE To determine the content Levofloxacin glucose injection. **METHOD** A zero-crossing derivative spectrophotometry method. **RESULTS** The calibration curves is linear in the range of 5.0-17.5ug·mL⁻¹ ($r=0.9998$) for Levofloxacin. The average recovery was 100.08% with RSD of 0.23% ($n=5$). **CONCLUSION** The method is stable, simple and accurate.

KEY WORDS: levofloxacin glucose injection; zero-crossing derivative spectrophotometry; assay

乳酸左氧氟沙星 (Levofloxacin, LVFX) 为新一代喹诺酮类广谱抗菌药, 是氧氟沙星的左旋光异构体, 目前测定乳酸左氧氟沙星的主要方法有 HPLC 法^[2], 对仪器要求较高, 基

层单位无法满足仪器的要求, 而葡萄糖灭菌后的分解产物在测定波长 239nm 处也有吸收, 对测定有一定干扰, 本实验采用零交导数分光光度法测定注射液中乳酸左氧氟沙星的含

量,可排除葡萄糖灭菌后分解产物对测定的干扰,且方法简便、准确。

1 仪器与试剂

UV-260 紫外分光光度计(日本岛津),UV-7520 紫外分光光度计(上海分析仪器厂),乳酸左氧氟沙星葡萄糖注射液(新昌制药厂,批号 20020111,20020112,20020113,20020205,20020206),5%葡萄糖注射液(新昌制药厂,批号 20020126),其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 导数光谱的绘制

精密称取乳酸左氧氟沙星对照品适量,用 0.1mL·L⁻¹盐酸溶液制成浓度约为 5ug·mL⁻¹的溶液;另取 5%葡萄糖注射液适量,同法制成含葡萄糖为 500ug·mL⁻¹的溶液,在 250~320nm 波长范围内扫描,分别绘制零阶和一阶导数光谱曲线。可见葡萄糖注射液对乳酸左氧氟沙星的吸收有明显的背景干扰。乳酸左氧氟沙星的一阶导数光谱曲线在 278.4nm 波长处有最大吸收,而葡萄糖注射液的吸收曲线在此波长恰好为零交点。取 278.4nm 波长处的峰-零吸收值(振幅值)。狭缝为 2nm,Δλ 为 2nm。

2.2 浓度对零交位置的影响

配制 4 份含乳酸左氧氟沙星为 10ug·mL⁻¹供试液,供试液中葡萄糖浓度分别为 0.5、5.0、10、20mg·mL⁻¹,以 0.1mL·L⁻¹盐酸溶液为参比,在 250~320nm 绘制一阶导数光谱曲线,结果表明零交点位置不受浓度影响。

2.3 振幅测定的误差

精密称取乳酸左氧氟沙星对照品适量,制成 10ug·mL⁻¹的溶液,以 0.1mol·mL⁻¹盐酸溶液为空白,做一阶导数光谱扫描 5 次,在 278.4nm 波长处的峰-零吸收值分别为 0.183、0.183、0.182、0.183、0.182,RSD 为 0.23%。

2.4 标准曲线的绘制

精密称取乳酸左氧氟沙星对照品 50mg,置 100mL 量瓶中,加 0.1mol·L⁻¹盐酸溶液溶解至刻度,摇匀。在 278.4nm 波长处测定峰-零吸收值,分别为 0.09、0.136、0.181、0.227、0.271、0.316,以浓度 C 对振幅值 D 作线性回归,得回归方程为 $C=55.3424-0.01218D$, $r=0.9998$ 。结果表明,浓度在 5.0~17.5ug·mL⁻¹ 范围内呈良好线性关系。

2.5 回收率与稳定性试验

精密称取乳酸左氧氟沙星 0.2g,葡萄糖 5g,配制成注射液,高压灭菌后,用 0.1mol·L⁻¹盐酸溶液稀释成含乳酸左氧

氟沙星 10ug·mL⁻¹ 的溶液,按标准曲线项下的方法测定 278.4nm 波长处的振幅 D 值,代入回归方程计算回收率,结果见表 1。将上述溶液间隔 2h 测定一次,结果表明在 12h 内溶液振幅的位置与振幅值 D 保持不变。

2.6 样品测定

取不同批号的乳酸左氧氟沙星葡萄糖注射液,按上述方法测定乳酸左氧氟沙星含量,同时与高效液相色谱法作比较,结果见表 2。

表 1 乳酸左氧氟沙星回收率试验结果

投入量 (g)	测得量 (g)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RDS (%)
0.2001	0.2006	100.3		
0.2010	0.2021	100.5		
0.2091	0.2096	100.2	100.08	0.23
0.2032	0.2025	99.7		
0.2055	0.2048	99.7		

表 2 乳酸左氧氟沙星含量测定结果

批号	本法	HPLC 法
2000818	100.5	101.0
2000916	101.2	101.8
2000918	100.1	101.0
2001012	99.6	99.9
2001013	99.2	99.5

3 讨论

3.1 零交导数分光光度法主要是解决光谱相互重叠的二组分样品的同时测定,因此待测组分的测定波长必须在干扰组分的零交点处,以消除其干扰,这就很难同时满足测定波长正好在待测组分导数振幅的峰、谷处。因此需要通过实验来考察待测组分的线性范围及其在混合物中的回收率。

3.2 含葡萄糖的注射液高压灭菌后产生的分解产物与溶液的 PH 值、灭菌时间、温度等因素有关,这些分解产物对乳酸左氧氟沙星的测定有不同程度的干扰,而本法较好的解决这一问题,且方法简便、结果准确。

参考文献

- [1] 陈鸣. 零交导数分光光度法测定输液中茶碱和头孢哌酮钠含量[J]. 中国医院药学杂志,1996. 16(2):73.
- [2] 卫生部药品标准. WS-180(X-157)-97[S].

收稿日期:2003-05-30