

## 分光光度法测定硫酸链霉素皮试注射液含量

吉林通化市药品检验所 倪 颖

硫酸链霉素皮试注射液为各类医院常用的自配制剂,《中国药典》(1985年版)对原料及粉针制剂的含量测定采用微生物检定法,而有关皮试注射液含量目前尚未有一种快速、准确、简便的测定方法。笔者根据链霉素在碱性溶液中水解,经分子重排和消除反应定量地生成麦芽酚,麦芽酚在酸性条件下能与高铁离子定量生成稳定的紫红色络合物<sup>(1)</sup>,在可见光区有吸收这一原理,对硫酸链霉素皮试注射液的含量测定方法进行研究。该法灵敏、快速,结果较满意,在浓度为0.03~0.5mg/ml范围内,浓度与吸收度关系较好,为 $\gamma$ 0.9985,回收率为100.0%,现将该法介绍如下。

### 一、仪器与试剂

1. 仪器: 岛津UV-260型分光光度计

2. 试剂:

(1) 链霉素国家标准品,批号800811,效价为741U/mg,卫生部药品生物制品检定所。

(2) 注射用硫酸链霉素批号861120、861122、870107,通化白山制药一厂;批号860327,大连制药厂;批号860516,华北制药厂。

(3) 0.9%氯化钠注射液批号880202,通化市人民医院制剂室。

(4) 链霉素标准液: 精密称定链霉素标准品约350mg,置100ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,备用。

### 二、实验与结果

1. 实验方法: 精密量取链霉素标准液4.0ml、6.0ml、8.0ml、10.0ml、12.0ml,分别置于5个100ml量瓶中,加水稀释至刻度。再分别精密量取以上各稀释液5.0ml及

氢氧化钠试液0.3ml,置水浴上加热5分钟,加硫酸铁铵试液0.5ml,冷却至室温待作如下实验。

2. 光谱扫描: 取以上顺序第2管测试液,另以5.0ml水为空白,在450—650nm波长之间作吸收光谱扫描<sup>(2)</sup>找出最大吸收峰的波长为525nm。

3. 标准曲线的制备: 取以上5管测试液,空白试验同前,在525nm波长处分别测定吸收值。以吸收度(A)为纵坐标,浓度(C)为横坐标,绘制标准曲线,其结果见表1。

表1 不同浓度测得的吸收度

编号	1	2	3	4	5
浓度(mg/ml)	0.1418	0.2128	0.2836	0.3546	0.4255
A	0.145	0.192	0.265	0.311	0.362

线性回归  $A = 0.03072C, B = 0.7897$ ;

相关系数  $\gamma = 0.9985$ ;

回归方程  $C = 1.266A - 0.0389$

4. 回收率试验: 采取变动硫酸链霉素皮试注射液处方中硫酸链霉素的含量,其它成分不变<sup>(3)</sup>进行回收率试验。精密量取链霉素标准液1.0ml、2.0ml、4.0ml、6.0ml、8.0ml、10.0ml、12.0ml,分别置于7个100ml量瓶中,加0.9%氯化钠注射液稀释至刻度,然后按上述“实验方法”中的“再分别精密量取……冷却至室温”操作,另以5.0ml 0.9%氯化钠注射液为空白,在525nm波长处,分别测定其吸收值。按回归方程计算,其结果见表2。

5. 硫酸链霉素皮试注射液的含量测

表2 回收率试验

编号	投量 (mg/ml)	A	测得量 (mg/ml)	回收率 (%)
1	0.03546	0.059	0.03579	100.94
2	0.07092	0.087	0.07124	100.45
3	0.1418	0.143	0.1421	100.23
4	0.2128	0.198	0.2118	99.52
5	0.2836	0.255	0.2839	100.12
6	0.3546	0.309	0.3522	99.35
7	0.4256	0.367	0.4257	100.05

$$\bar{X} = 100.09$$

$$Sx = 0.5395$$

$$CV = 0.539\%$$

定：精密量取硫酸链霉素皮试注射液适量，置于25ml量瓶中，加水稀释成每1ml含0.25mg的溶液，按上述“实验方法”中的“再分别精密量取……冷却至室温”操作。空白试验同前，在525nm波长处测定吸收值，按下式计算浓度

$$C = (1.266 \cdot A - 0.0389) \times \text{稀释倍数}$$

实际测得结果见表3。

表3 硫酸链霉素皮试注射液的含量测定

批号	配制浓度(mg/ml)	A	稀释倍数	实测浓度(mg/ml)
861120	0.9512	0.226	3.805	0.9406
861122	0.9824	0.228	3.931	0.9818
870107	1.0824	0.224	4.332	1.0599
860327	1.0928	0.228	4.371	1.0916
860516	1.0576	0.226	4.230	1.0457

### 三、小 结

1. 本实验结果表明，硫酸链霉素皮试注射液的浓度在0.03—0.5mg/ml范围内，其浓度与吸收度成线性关系，符合比尔定律，并有较好的回收率。

2. 根据回收率试验表明，制剂中的其它成分不干扰此法测定。

3. 本实验最佳测定浓度为0.20~0.25mg/ml。

4. 本测定方法具有快速、简便、准确等特点，适用于医院药房对硫酸链霉素皮试注射液的含量测定。

**致谢：**本文承第二军医大学药学院药物分析教研室柳正良教授、通化市药检所所长刘志民主任药师审阅。

### 参 考 文 献

- [1] 南京药学院药物分析教研室主编：药物分析，第1版，1981，804；江苏科学技术出版社
- [2] 庞贻慧等：药学期报，1984；19(2)：152~154。
- [3] 顾学裘：药物制剂注解，第1版1983，473 人民卫生出版社

## 旋光法测定芦丁的含量

第二军医大学药学院 廖耀中

芦丁为黄酮甙类化合物，有关它的质量标准部颁标准上有四个指标：炽灼残渣、乙醇不溶物、干燥失重及含量<sup>(1)</sup>。作者在实际工作中对含量测定一项进行了探索，找到了一种新方法——酸水解测旋光的方法，操作简单，结果又很吻合，可以代替

亚硝酸钠—硝酸铝—光谱吸收法，即络合—光谱吸收法。实验结果表明，误差<1.0%。

### 一、酸水解—旋光法的原理及计算公式

芦丁是甙类化合物，在酸性条件下芦丁易被酸催化水解而生成易溶于水且具有旋光的葡萄糖和鼠