

紫外分光光度法测定土霉素含量

解放军213医院(大连 116100) 姜淑春 张玉新 张德林

根据土霉素在紫外区有吸收的特点,试用紫外分光光度法测定其含量,用于对购入的药品进行快速监测,结果较满意。现介绍如下。

一、仪器与试剂

UV-120 可见紫外分光光度计(日本岛津),1/万分析天平(上海天平仪器厂产),土霉素标准品 864u/mg (中国药品生物制品检定所产),土霉素片(大连金铎制药厂),批号分别为:92060101,92070902,92020701,92027103。

二、实验方法与结果

1. 波长的选择 精密称取土霉素标准品适量,置100ml容量瓶中,加盐酸(9-100)9.39ml放置1h,加蒸馏水至刻度,取滤液稀释成20u/ml的溶液,以蒸馏水做空白,置1cm石英吸收池中,在200~400nm区间扫描,测得土霉素3个吸收峰,其中在200~280nm处淀粉浆等有干扰,而在360nm处后无吸收,所以选择第三个峰即360nm。

2. 稳定性试验 将上述溶液避光16℃放置24h,在360nm处测定其吸收度,基本无变化。

3. 标准曲线的绘制 精密称取土霉素标准品适量,制成浓度为每毫升5u, 10u, 15u, 20u, 25u系列标准液,以蒸馏水做空白,在360nm处测定其吸收度,结果见表1,数据经统计学处理得直线回归方程, $A = 0.093 + 0.017c$, 相关系数 $r = 0.9995$ 。结果表明实验浓度呈良好的线性关系。

表1 土霉素标准曲线数据

浓度C(u/ml)	吸收度A
5	0.179
10	0.265
15	0.346
20	0.427
25	0.523

4. 回收实验 精密称定土霉素标准品(864u/mg)57.87mg,置500ml容量瓶中加盐酸(9-100)5.79ml,加入处方量淀粉、淀粉浆、硬脂酸镁,摇匀放置24h,加蒸馏水至刻度,取滤液配成20u/ml以蒸馏水做空白,在360nm处测吸收度。见表2。

表2 土霉素回收实验结果

编号	加入量(u/ml)	测得量(u/ml)	回收率(%)
1	20.0	20.03	100.47
2	20.0	20.0	100
3	20.0	19.95	99.76
4	20.0	19.95	99.76
5	20.0	19.95	99.36
平均回收率(%)			99.95
RSD			0.3

5. 土霉素片含量测定 取土霉素片20片精密称定,求出平均片重,研细精密称取适量,配成20u/ml,以蒸馏水做空白,在360nm处测吸收度。用回归方程计算含量。见表3。

表3 土霉素片含量测定

样品批号	样品标示量 (万u/片)	标示量的百分数(%)	
		紫外法	生物法
92060101	25	95.60	94.96
92070701	25	95.36	95.66
92070902	25	97.07	96.28
92071103	25	95.07	95.25

三、讨论

1. 紫外分光光度法测土霉素含量可用于药品进货验收, 这样比生物法简单, 重复性好, 如监测可疑可用生物法验证。

2. 如用于生产过程中的半成品控制, 可与生物法同步, 但此法出结果快, 可使生产很快进入下道工序。

参考文献

- [1] 沈克温等. 实用药物分离鉴定手册. 1986.
[2] 中华人民共和国药典1990年版. 附录116

多波长吸收度比值差法同时测定

复方醋酸洗必泰滴鼻液中两种组分的含量

武汉总医院(武汉 430070)

刘祖雄 石素珍 温广年 张勤

摘要 多波长吸收度比值差法是近年来提出的一种新的计算分光光度法。本文成功地应用该方法选择251nm、257nm和262nm为波长组合, 以257nm为固定波长, 同时测定复方醋酸洗必泰滴鼻液中醋酸洗必泰和盐酸麻黄碱的含量。

关键词 多波长吸收度比值差法 醋酸洗必泰 盐酸麻黄碱

复方醋酸洗必泰滴鼻液是由醋酸洗必泰、盐酸麻黄碱及甘油组成。其中盐酸麻黄碱的含量测定常采用旋光法^[1], 但只能测定其中盐酸麻黄碱一种成分的含量。用紫外分光光度法, 两者吸收光谱互相重叠。为消除干扰, 笔者根据文献^[2]采用多波长吸收度比值差法同时测定醋酸洗必泰和盐酸麻黄碱的含量。操作简便, 结果满意。

一、仪器与试剂

日本岛津UV-260分光光度计; 醋酸洗必泰, 锦州制药厂, 含量99.93%; 盐酸麻黄碱, 赤峰制药厂, 批号881001。醋酸洗必泰、盐酸麻黄碱, 甘油均符合中国药典90版规定; 复方醋酸洗必泰滴耳液, 本院制剂室配制。

二、实验方法与结果

1. 吸收光谱的绘制

分别配制每ml约含醋酸洗必泰2μg、盐酸麻黄碱40μg及甘油400μg的水溶液, 以水为空白, 在220~320nm波长范围内扫描, 测绘各自的吸收光谱见图1。

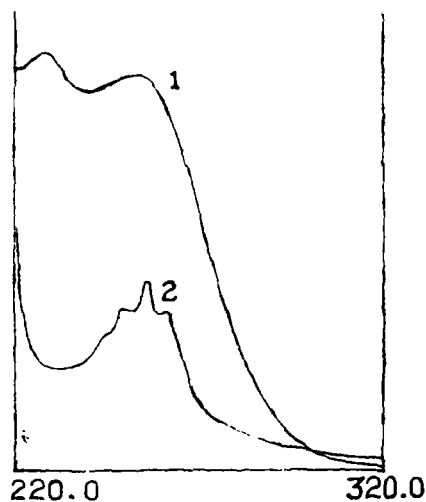


图1 复方醋酸洗必泰滴鼻液紫外吸收光谱图

1-醋酸洗必泰; 2-盐酸麻黄素; 3-甘油