

旋光法测定硫酸丁胺卡那霉素注射液含量

黄 一

(浙江省平阳县药品检验所 平阳 325400)

摘要 根据硫酸丁胺卡那霉素注射液具有旋光性特点,笔者用旋光法测定硫酸丁胺卡那霉素注射液含量,其回收率 99.21%,变异分数 0.35%,与微生物法比较,具有操作简便、迅速、重现性好,结果令人满意。

关键词 硫酸丁胺卡那霉素注射液;旋光法;含量测定

硫酸丁胺卡那霉素注射液的含量测定药典采用微生物检定法^[1],结果可靠,但测定条件要求高,检验周期长,繁琐费时,不适合对产品中间体质量控制和医院快速分析的需要。根据硫酸丁胺卡那霉素具有旋光性的特点(比旋度为 +72°~+85°)^[2],笔者用旋光法直接测定硫酸丁胺卡那霉素注射液的含量,测定结果与微生物检定法接近,回收率高,变异系数小,重现性好,快速简便。

一、仪器与试剂

WZZ-1 型自动指示旋光仪(上海光学仪器修理厂生产);硫酸丁胺卡那霉素标准品(中国药品生物制品检定所生产);硫酸丁胺卡那霉素(温州市制药厂提供);硫酸丁胺卡那霉素注射液(温州市制药厂生产,2ml 2 万 U);亚硫酸氢钠(分析纯)。

二、实验方法

标准曲线绘制:精密称取硫酸丁胺卡那霉素标准品适量,加水配成不同浓度的标准溶液,按中国药典 1995 年版二部附录方法分别测定旋光度,结果见表 1。经直线回归,得回归方程: $\alpha = 0.02867 + 0.2128C$ $r = 0.9996$ 。

取硫酸丁胺卡那霉素注射液,依照中国药典 1995 年版二部附录方法测定旋光度,将其代入回归方程,按下式计算含量:

$$\text{标示量 \%} = \frac{\alpha - 0.02867}{0.2128 \times \text{标示量}} \times 100\%$$

稳定性试验取上述标准液,试验放置时间对旋光度影响:每隔 0.5h 测定 1 次旋光度,结果表明,旋光度在 3h 内无变化。

表 1 丁胺卡那霉素浓度与旋光度的关系

浓度(mg/ml)	旋光度(α)
2.5	0.55
5	1.19
7.5	1.59
10	2.15
12.5	2.64
15	3.25
17.5	3.76
20	4.28

温度对旋光度影响:在不同温度下测其旋光度,结果表明,温度在 15~35℃ 其旋光度变化不大,对测定结果无影响。

回收率试验精密称取硫酸丁胺卡那霉素原料适量,仿注射液处方制定一定浓度的溶液,按样品测定其旋光度,结果见表 2。

表 2 丁胺卡那霉素回收率试验结果

编号	投入量(g)	测得量(g)	回收率(%)	\bar{x}	CV(%)
1	0.0258	0.0256	99.23	$\bar{x} = 99.21\%$	CV = 0.35%
2	0.0260	0.0257	98.85		
3	0.0248	0.0247	99.60		
4	0.0251	0.0248	98.80		
5	0.0252	0.0251	99.60		
6	0.0243	0.0241	99.18		

旋光测定法与微生物检定法的比较 取不同批号的硫酸丁胺卡那霉素注射液 6 批,用

微生物法和本法分别测定,结果见表3。

表3 两种不同测定方法的结果比较

批号	相当标示量%		误差%
	微生物法	旋光法	
950512	99.13	98.84	+0.29
950516	98.54	98.18	-0.36
950514	97.92	97.52	+0.40
950616	100.00	99.85	+0.15
950617	99.45	99.67	-0.22
950613	99.43	99.06	+0.38

本法与微生物法比较,硫酸丁胺卡那霉

素含量无显著差异($P < 0.05$)。

三、结论

用旋光法测定硫酸丁胺卡那霉素注射液含量,其结果与药典采用微生物法比较接近,此法可直接取样测定,操作简便,快速,适用于医院和药厂对产品质量控制和快速分析。

参考文献

- [1]中华人民共和国卫生部药品标准(二部).第一册,1992:92
[2]中国药典1990年版(二部).1990:685

二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量

杨青李明

(泰安市药品检验所 泰安 271000)

摘要 本文采用二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量。方法简便,结果准确。浓度在4~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 呈良好线性关系。回收方程为: $C = 189.6A + 0.01895$, $r = 0.9996$ 。回收率为:99.7%。RSD=0.4%, ($n = 5$)。

关键词 西咪替丁;二阶导数光谱法;含量测定

西咪替丁为 H_2 受体阻滞剂,能抑制组胺或五肽胃必素刺激引起的胃酸分泌。临床上广泛用于治疗胃溃疡,十二指肠溃疡及反流性食道炎。

西咪替丁片的含量测定,《中国药典》九五年版,采用非水溶液滴定法^[1],也有报道用紫外分光光度法^[2],我们采用二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量,有效的排除了辅料对测定的干扰,结果满意。

一、仪器与试剂

日本岛津UV-2100型分光光度计;西咪替丁对照品,由中国药品生物制品检定所提供;西咪替丁及片剂辅料由泰安制药厂提供,盐酸(化学试剂),AR级。

二、实验方法与结果

(一)测定波长的选择

取西咪替丁对照品适量。用盐酸溶液(0.9→1000)稀释成12 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,在300~200nm波长范围内扫描,并绘制紫外吸收光谱(见图1)和二阶导数光谱(见图2)。从图1中看出,西咪替丁在紫外218nm处有最大吸收,辅料在此波长处也有吸收,对结果产生干扰。从图2看出,在二阶导数光谱中,西咪替丁在222nm波长处有导数谷,辅料在此波长处正处在基线上,对测定不发生干扰。故选用222nm波长为测定波长。

(二)西咪替丁对照液的配制

精密称取经105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的西咪替丁对照品10mg,加盐酸溶液(浓度同1),使其溶解,并稀释至100ml。

(三)吸收度的线性关系

精密吸取对照品稀释液,用盐酸溶液(浓