

不同厂家乙酰螺旋霉素片含量的调查

李长虹 林剑梅 高志刚 代卫红(解放军第467医院 石家庄 050081)

摘要 目的:调查不同厂家乙酰螺旋霉素片的含量。方法:以盐酸为溶剂,采用紫外分光光度法。结果:紫外分光光度法可用于乙酰螺旋霉素片含量的测定,加样平均回收率为100.36%,RSD为0.83%。结论:不同厂家的乙酰螺旋霉素片含量存在较大差异。
关键词:乙酰螺旋霉素;紫外分光光度法;含量

乙酰螺旋霉素片为一种临床常用的抗菌药物,使用范围广,用量大。目前全国有数十家厂家生产。但临床疗效却有差异,这主要与乙酰螺旋霉素的含量有关。本文采用紫外分光光度法对不同厂家生产的乙酰螺旋霉素片含量进行了测定,结果有的厂家生产的乙酰螺旋霉素含量低于部颁标准规定的范围,现将结果报告如下:

1 仪器与试剂

1.1 仪器 日本岛津 UV-2201 型紫外分光光度计;

1.2 试剂 乙酰螺旋霉素标准品,中国药品生物制品检定所,批号 347-9501,效价:1357 μ g/mg。

2 测定方法

2.1 溶剂与波长

乙酰螺旋霉素在乙醇中易溶,在水中几乎不溶,但在0.1mol/L盐酸中溶解后保持稳定。故选用0.1mol/L盐酸作为溶剂。经紫外扫描,得最大吸收波长为232nm。见图1。

2.2 样品处理

分别取不同厂家乙酰螺旋霉素片各10片,精密称定研细备用。

2.3 标准曲线与线性范围

精密称取已至恒重的标准品0.01040g,用0.1mol/L盐酸溶解成100 μ g/ml的溶液,分别精密量取2、4、6、8、10、12ml置50ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸至刻度混匀。以0.1mol/L盐酸作空白,在232nm波长处测定吸收度。结果见表1。

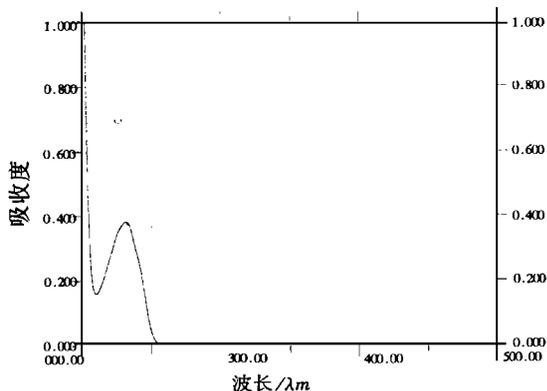


图2 乙酰螺旋霉素紫外光谱图

表1 不同浓度乙酰螺旋霉素的A值

	浓度(μ g/ml)					
	4.1600	8.3200	12.4800	16.6400	20.8000	24.9600
吸收度(A)	0.1260	0.2552	0.3791	0.5125	0.6399	0.7699

结果:经回归分析求得吸收度(A)与浓度(C)的关系式如下:

$$A = 0.03095C - 0.0036 \quad r = 0.9999$$

乙酰螺旋霉素在4~24 μ g/ml浓度范围内,吸收度与浓度呈良好的线性关系。

2.4 样品含量测定

取样品10片,研细,精称约0.2g置100ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸至刻度,过滤,精密量取续滤液1ml,置于50ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸稀释至刻度、混匀,在232nm波长处,测定吸收度。结果见表2。

2.5 加样回收试验

取上述5号、6号制备的样品溶液过滤,精

表 2 不同厂家乙酰螺旋霉素片含量结果

编号	生产厂	批号	平均片重(g)	吸收度(A)	浓度($\mu\text{g/ml}$)	乙酰螺旋霉素片含量(%)
1	天津	951231	0.277356	0.286	10.40	71.98
2	唐山	960224	0.23796	0.334	11.96	71.04
3	河南	960126	0.35617	0.228	8.53	75.83
4	浙江	96030145	0.31532	0.293	10.63	83.81
5	石家庄1	961204FN	0.24249	0.401	14.12	85.56
6	石家庄2	960301	0.32000	0.263	9.66	77.08

取续滤液 0.5ml, 置 50ml 量瓶中, 分别加入 1ml、3ml、5ml 标准溶液(标准液制备: 0.01006g⁻¹ 100ml), 加 0.1mol/L 盐酸稀释至刻度, 以

0.1mol/L 盐酸作空白, 在 232nm 波长处测定吸收度, 测得结果见表 3。

3 讨论

表 3 加样回收试验结果

样品量($\mu\text{g/ml}$)	加入标准品量($\mu\text{g/ml}$)	吸收度(A)	总乙酰螺旋霉素量($\mu\text{g/ml}$)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
14.12	2.012	0.247	9.14	101.02	100.36	0.83
	6.036	0.369	13.09	99.90		
	10.06	0.495	17.16	100.40		
9.66	2.012	0.175	6.82	98.91	100.89	101.01
	6.036	0.302	10.92	100.89		
	10.06	0.428	14.99	101.01		

乙酰螺旋霉素的测定方法有: 高效液相色谱法、微生物检定法和紫外分光光度法等。笔者对 6 个厂家生产的乙酰螺旋霉素片中的乙酰螺旋霉素含量用紫外分光光度法进行测定, 此法简便、快速、灵敏度高。加样平均回收率为 100.36%, RSD 为 0.83%。

根据 1995 年版部颁标准, HPLC 测定乙酰螺旋霉素的含量, 按单、双乙酰螺旋霉素 4 个组分的总含量不得低于 75%。我们采用 UV 法测得结果与部颁标准规定的 HPLC 数据基本一致, 其中 4 个厂家在 75% 以上, 仅 2 个厂家在

75% 以下。

乙酰螺旋霉素的含量达不到规定要求必将使临床治疗效果受到影响, 提示有关厂家对原料的纯度、生产工艺、质控等标准应加以重视, 以确保药品的质量和用药安全。

参考文献

- 1 华有樾, 潘福生. 中国医药工业杂志, 1993, 24(4): 179
- 2 李莉, 候凤霞, 李卫国. 中国药学杂志, 1994, 29(12): 740
- 3 丁青龙, 黄晓瑾, 沈小洁等. 中国药房, 1995, 6(2): 38
- 4 卫生部(95)卫药标字 01-03 号国家标准(暂行)
(收稿: 1998-06-29)

褶合光谱法测定复方地塞米松滴眼液的含量

史德懿 刘怡¹ 张冬春²(上海市第六人民医院 上海 200233; ¹上海医科大学药学院 98 届本科毕业生 上海 200032; ²第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 目的: 建立不经分离同时测定地塞米松磷酸钠及干扰组分尼泊金乙酯含量的测定方法。方法: 以蒸馏水为空白, 采用褶合光谱法。结果: 平均回收率为 100.8%, 99.39%; RSD 为 1.00%, 0.61%。结论: 本法方便准确, 适用于紫外吸收有干扰的多组分制剂的常规分析。

关键词 复方地塞米松滴眼液; 地塞米松磷酸钠; 褶合光谱法; 含量测定

Application of convolution spectrometry method for determination of compound dexamethasone sodium phosphate eye drops