

2.5 样品测定

分别取每个批号的盐酸氯胺酮控释片 10 片,精密称定后研细,再精密称取适量(约相当于盐酸氯胺酮 220mg),加少量蒸馏水于乳钵中研匀,定量转移至 250ml 容量瓶中,加蒸馏水定容。再精密吸取 10ml 置 25ml 容量瓶中,加蒸馏水定容。进样 20 μ l,按 2.4 方法测定盐酸氯胺酮含量。计算标示量的百分含量,每个批号测定 3 次取平均值,结果见表 3。

表 3 控释片中盐酸氯胺酮的含量

批号	标示量(%)
990827	99.8
000120	96.5
000317	102.4

3 讨论

文献曾报道^[3],用 HPLC 测定血浆中氯胺酮浓度采用内标法,以布比卡因为内标。本试验采用外标法作为盐酸氯胺酮控释片的含量测定方法更简

便,快速,回收率及精密度试验均符合要求。盐酸氯胺酮在 31~ 310 μ g \cdot ml⁻¹ 范围内峰面积与浓度线性关系良好($r = 0.9991$)。在样品含量测定中,因控释片中采用 HPMC 和卡泊姆作辅料,加水后形成亲水凝胶,盐酸氯胺酮不易释放和溶解,因此必须用乳钵加蒸馏水充分研匀,然后置超声振荡器中振荡 2h。否则使含量测定结果偏低。控释片中的辅料 HPMC 和卡泊姆不影响盐酸氯胺酮的含量测定,色谱峰分离良好,在流动相中加入三乙胺及冰醋酸可防止色谱峰拖尾。

参考文献:

[1] 刘德生,张家华,陈健.口服氯胺酮镇痛的实验研究[J].徐州医学院学报,1995,15(2):170.
 [2] 中国药典[S].2000版二部.2000:附录32~34.
 [3] 张金玲.高效液相色谱法测定血中盐酸氯胺酮浓度的改进[J].中国医院药学杂志,2000,20(1):11.

收稿日期:2001-09-24

紫外分光光度法测定甲砒霉素胶囊的含量

罗虹¹,王晓玲²,李玉兰³(1.深圳市东湖医院,深圳 518020;2.深圳市人民医院,深圳 518020;3.深圳市药检所,深圳 518026)

摘要 目的:建立甲砒霉素胶囊的含量测定方法.方法:以无水乙醇为溶剂,采用紫外分光光度法测定甲砒霉素胶囊的含量,测定波长为 266nm.结果:线性范围 0.05~ 0.5mg \cdot ml⁻¹($r = 0.9999$),平均回收率为 99.83%,RSD 为 0.49%.结论:该方法简便、快速、结果准确。

关键词:紫外分光光度法;甲砒霉素胶囊;含量测定

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2002)02-0101-02

Determination of content in thiamphenicol capsules by UV- spectrometry

LUO Hong¹, WANG Xiao-ling², LI Yu-lan³(1. Shenzhen Donghu Hospital, Shenzhen 518020, China; 2. Shenzhen People's Hospital, Shenzhen 518020, China; 3. Shenzhen Institute of Drug Control, Shenzhen 518026, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish UV method for the determination of content in thiamphenicol capsules. METHODS: UV spectrometry was used to determine the thiamphenicol capsules. The sample was determined at 266nm. RESULT: The calibration curves was linear between 0.05- 0.5 mg \cdot ml⁻¹($r = 0.9999$), the average recovery was 99.83%, RSD was 0.49%.

KEY WORDS UV spectrophotometry, thiamphenicol capsules, quantitative determination

甲砒霉素胶囊为抑菌性抗菌素,主要作用于细菌核糖体第 50 亚基,抑制转肽酶和肽链的延长,从

而抑制细菌蛋白质的合成,发挥抑菌和杀菌功效。临床适用于淋球菌引起的尿道感染以及肺炎球菌引

起的肺炎、支气管炎等,并对 β -内酰胺类药物产生耐药性的细菌敏感。中国药典1995版采用电位滴定法测定其含量,本文采用无水乙醇为溶剂,紫外分光光度法对甲砒霉素胶囊进行的含量测定,方法简便可靠。

1 仪器与试剂

日本岛津UV-2201型分光光度计;瑞典梅特勒DL-25型自动电位测定仪;甲砒霉素对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0433-9601);甲砒霉素胶囊(河南帅克药业有限公司批号:981003;981203;990301;990701);无水乙醇(分析纯);辅料均为药用辅料。

2 方法与结果

2.1 甲砒霉素紫外吸收光谱的测定

精密称取甲砒霉素对照品25mg,加无水乙醇溶解并稀释至 $0.2\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$,以无水乙醇为空白,在UV-2201分光光度计上,在250~300nm波长范围内进行扫描。结果表明,在273和266nm波长处有最大吸收,266nm波长处峰形较好,故选此波长为测定波长。取按处方量的配料,用无水乙醇制成溶液在250~300nm波长范围内进行扫描,无吸收。

表1 甲砒霉素回收率试验结果

编号	加入量($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)	测得量($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)	回收率(%)	平均回收率(% \pm s)	RSD(%)
1	0.1987	0.1977	99.50		
2	0.2004	0.1989	99.25		
3	0.2141	0.2151	100.47	99.83 \pm 0.49	0.49
4	0.2204	0.2199	99.77		
5	0.2503	0.2507	100.16		

2.5 重复性试验

对同一批号样品重复进行多次测定,结果RSD为0.34%($n=6$)。

2.6 样品的测定

取本品10粒,倾出内容物精密称定,混匀,精密称出适量(约相当于甲砒霉素25mg),置25ml量瓶中,加无水乙醇适量溶解并用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。滤过,精密量取续滤液2ml,置10ml量瓶中,加无水乙醇至刻度,摇匀。以无水乙醇为空白对照,在266nm波长处测定吸收度,根据回归方程求出浓度,并求出相当于甲砒霉素标示量的百分含量,同时与药典法测定的结果相比较,见表2。

2.2 线性关系

精密称取甲砒霉素对照品25mg,置25ml量瓶中,加无水乙醇适量溶解并用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取0.5,1,2,3,4和5ml置10ml量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀。在266nm波长处测定吸收度(以无水乙醇为空白对照)。将所得的数据进行回归处理,得到回归方程: $A=0.0222C-0.0098$, $r=0.9999$ 。

结果表明,甲砒霉素浓度在 $0.05\sim 0.5\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内,线性关系良好,符合比尔定律。

2.3 溶液稳定性试验

将2.2线性关系项下溶液室温下分别放置1,4,6,8,12和24h,再分别测定吸收度。结果表明,其吸收度值几乎无变化。

2.4 回收率试验

精密称取甲砒霉素对照品6份,按处方比例加入其它辅料,用无水乙醇制成浓度为 $0.2\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的甲砒霉素溶液,以无水乙醇为空白,在266nm波长处测定吸收度,根据回归方程计算回收率。平均回收率为99.83%,RSD为0.49%,见表1。

表2 甲砒霉素含量测定结果

批号	标示量(%)	
	本法(%)	药典法(%)
981003	100.6	100.7
981203	99.5	99.4
990301	98.7	98.4
990701	99.4	99.6

3 讨论

甲砒霉素胶囊的含量测定,中国药典1995版采用电位滴定法,前处理繁琐、时间长、用量大。采用无水乙醇为溶剂,紫外分光光度法对其含量进行测定,简便快速、用量少、重现性好,适于药厂、医院对甲砒霉素胶囊的质量控制。

收稿日期:2001-11-01