

紫外分光光度法测定呋喃西林洗必泰溶液含量

浙江省黄岩县第一医院 汤强华 辛学俊

呋喃西林与醋酸洗必泰配伍制成复方溶液^{[1][2]}, 增强了抗菌力, 扩大了抗菌谱, 其抗炎消毒效果明显优于1:5000呋喃西林溶液。但该制剂尚未见有理想的快检方法, 笔者参考文献^{[3][4][5][6]}, 探索了用紫外分光光度法测定本制剂各个成分的含量, 结果表明是可行的。

一、测定原理

因呋喃西林水液在紫外区有二个吸收峰, 即374nm与260nm, 浓度在2~12 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 时符合比尔定律^[4], 醋酸洗必泰水溶液亦有两个吸收峰, 实验测得 λ_{max} 为256nm与233nm, 在 $\lambda_{256\text{nm}}$ 处, 浓度在2~12 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 时, 也符合比尔定律, 线性关系良好。醋酸洗必泰, 不干扰呋喃西林在374nm处的含量测定。另外, 于波长256nm处, 呋喃西林在上述浓度内同样符合比尔定律, 故可利用吸收度加和性原则, 测得 $\lambda_{256\text{nm}}$ 的总吸收度。 $A_{256\text{nm}}^{\text{总}} = A_{256\text{nm}}^{\text{洗}} + A_{256\text{nm}}^{\text{呋}}$ 。先由测得的 $A_{374\text{nm}}^{\text{呋}}$ 求得该工作方程中的呋喃西林浓度 $C_{\text{呋}}$, 代入波长256nm处呋喃西林液的回归方程求算 $A_{256\text{nm}}^{\text{呋}}$, 即可求得 $A_{256\text{nm}}^{\text{洗}} (= A_{256\text{nm}}^{\text{总}} - A_{256\text{nm}}^{\text{呋}})$, 再由醋酸洗必泰水液在波长256nm处的回归方程求得 $C_{\text{洗}}$, 最后乘以稀释倍数即得样品中醋酸洗必泰浓度。

二、实验与结果

1. 仪器与药品

(1) 紫外分光光度计 日本岛津UV-120-02型与752型紫外分光光度计(上海第三分析仪器厂), 用1cm石英比色皿。

(2) 呋喃西林 浙江省中新药公司台州医药公司分装, 批号721210, 按文献^[3]精制干燥。

(3) 醋酸洗必泰 济南第二制药厂, 批号780704, 符合中国药典1977年版。

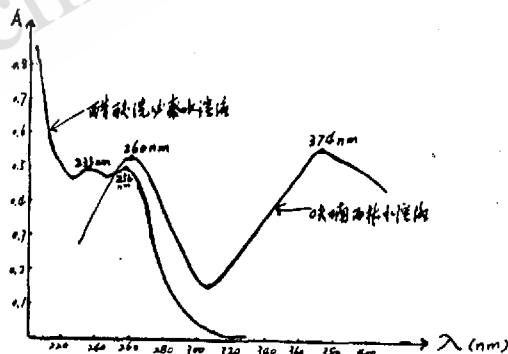


图1. 醋酸洗必泰与呋喃西林水溶液紫外吸收光谱

2. 紫外吸收光谱。

分别配制成呋喃西林水溶液 $8\mu\text{g/ml}$ 、醋酸洗必泰水溶液 $10\mu\text{g/ml}$ ，用 UV-120-02 型紫外分光光度计 (1cm 石英比色皿) 绘制吸收光谱图 (见图 1)。呋喃西林水液吸收峰与文献一致，醋酸洗必泰水液最大吸收峰为

256nm 与 233nm。

3. 标准曲线与回归方程

(1) 醋酸洗必泰标准曲线 精密称取醋酸洗必泰干燥品适量，配成 $2\sim 6\mu\text{g/ml}$ 水溶液，在 $\lambda_{256\text{nm}}$ 处测吸收度，结果见表 1。

表 1 醋酸洗必泰线性回归方程实测数据

浓度 C 洗(x)	吸 收 度	xy	x ²	y ²
($\mu\text{g/ml}$)	$A_{256\text{nm}}(y)$			
1.15	0.061	0.0702	1.3225	0.0037
2.30	0.114	0.2622	5.2900	0.0130
3.45	0.166	0.5727	11.9025	0.0276
4.60	0.220	1.0120	21.1600	0.0484
5.75	0.273	1.5700	33.0625	0.0745
$\Sigma x = 17.25$	$\Sigma y = 0.834$	$\Sigma xy = 3.4871$	$\Sigma x^2 = 72.7375$	$\Sigma y^2 = 0.1672$
$\bar{x} = 3.45$	$\bar{y} = 0.167$			

表 2 呋喃西林线性回归方程实测数据

浓度C呋(x)	吸 收 度		xy ₁	xy ₂	x ²	y ₁ ²	y ₂ ²
(μg/ml)	A _{374nm} (y ₁)	A _{256nm} (y ₂)					
4.91	0.388	0.320	1.9051	1.5712	24.1081	0.1505	0.1024
6.54	0.527	0.429	3.4466	2.8057	42.7716	0.2777	0.1840
8.18	0.642	0.532	5.2516	4.3518	66.9124	0.4122	0.2830
9.78	0.773	0.635	7.5599	6.2103	95.6484	0.5975	0.4032
11.45	0.918	0.740	10.5111	8.4730	131.1025	0.8427	0.5476
Σx = 40.86	Σy ₁ = 3.248	Σy ₂ = 2.656	Σxy ₁	Σxy ₂	Σx ²	Σy ₁ ²	Σy ₂ ²
$\bar{x}$ = 8.172	$\bar{y}_1$ = 0.650	$\bar{y}_2$ = 0.531	= 28.6743	= 23.4119	= 360.543	= 2.2806	= 1.5202

求得回归方程为 $A_{256\text{nm}}^{\text{洗}} = 0.046C_{\text{洗}} + 0.008$ ($r = 0.9999$, $P < 0.001$)。

(2) 呋喃西林标准曲线 精取精制呋喃西林干燥品适量，配成 $2\sim 12\mu\text{g/ml}$ 水溶液，分别在波长 374nm 与 256nm 处，测定吸收度，结果见表 2。求得回归方程为

$$A_{374\text{nm}}^{\text{呋}} = 0.08C_{\text{呋}} - 0.004$$

$$(r = 0.9989, P < 0.01)$$

$$A_{256\text{nm}}^{\text{呋}} = 0.064C_{\text{呋}} + 0.008$$

$$(r = 0.9999, P < 0.0001)。$$

三、含量测定方法与计算

精密量取样品 2ml，置于 100ml 容量瓶中，加水至刻度，摇匀，分别于波长 374nm 与 256nm 处，以水作空白，测定吸收度，按下列步骤求算浓度。

(1) 呋喃西林含量：

按回归方程计算含量

(2) 醋酸洗必泰含量：

$$\begin{aligned} & \text{样品中醋酸洗必泰含量 } \%(g/ml) \\ &= C_{\text{洗}} \times 50 \times 10^{-6} \times 100\% \\ &= 0.005C_{\text{洗}}\% \end{aligned}$$

$$A_{256\text{nm}}^{\text{总}} - 0.80A_{374\text{nm}}^{\text{呋}} - 0.019$$

9.2

四、回收率试验

精密称取干燥呋喃西林和醋酸洗必泰适量,按不同比例配成水溶液,在波长256nm与374nm处,测定吸收度,按上法计算浓度

及回收率,结果见表3。

五、实样含量测定

取自本院制剂室样品,依上法测定,其结果见表4。

表3 呋喃西林洗必泰溶液回收率试验

编 号	加 入 量 ($\mu\text{g/ml}$)		吸 收 度		测 算 量 ($\mu\text{g/ml}$)		回 收 率	
	呋喃西林	醋酸洗必泰	$\lambda_{374\text{nm}}$	$\lambda_{256\text{nm}}$	呋喃西林	醋酸洗必泰	呋喃西林	醋酸洗必泰
1	9.652	2.088	0.767	0.729	9.638	2.087	99.85	99.95
2	10.307	2.216	0.820	0.777	10.300	2.217	99.93	100.04
3	10.143	3.480	0.809	0.826	10.162	3.478	100.18	99.95
4	9.816	4.060	0.791	0.831	9.938	4.022	101.24	99.06
5	9.652	4.118	0.778	0.827	9.775	4.174	101.27	101.35
平均回收率							100.49	100.07
SD							0.71	0.82
CV							0.71%	0.82%

表4 样 品 含 量 测 定*

序 号	吸 收 度		测 算 浓 度 % (g/ml)		标 示 量 %	
	$A_{374\text{nm}}$	$A_{256\text{nm}}$	呋喃西林	醋酸洗必泰	呋喃西林	醋酸洗必泰
1	0.664	0.642	0.0418	0.0100	104.5	100.0
2	0.632	0.611	0.0398	0.0094	99.5	94.0
3	0.605	0.599	0.0381	0.0104	95.2	104.0

* 处方中含呋喃西林0.04%,醋酸洗必泰0.01%

讨论与小结

1. 本实验根据醋酸洗必泰甲醇液在波长 $258 \pm 1\text{nm}$ 处有最大吸收峰的报道,改用以水为溶媒进行紫外分光光度测定。实践证明,以水作溶媒不仅价廉,且稳定性好。

2. 本制剂处方据文献^{[1][2]}介绍,含呋喃西林0.05%、醋酸洗必泰0.01~0.02%。但实验指出,含0.05%呋喃西林的复方溶液在 $0 \sim 4^\circ\text{C}$ 时放置一周后即析出黄色沉淀,而含0.04%呋喃西林的复方溶液则保持澄清,故认为处方以0.04%呋喃西林加0.01%醋酸洗必泰为宜。

3. 本法操作简便,灵敏度高,符合快检要求。限量测定时,可由工作方程算出吸收度A值的上下限,由测得的A值即可得知样品是否合格。

参 考 文 献

- [1] 崔玲芝: 中国医院药学杂志1986; 6(2):34
- [2] 罗治权: 药学通报1986; 21(2):86
- [3] 李象新: 药学通报1984; 19(3):26
- [4] 田怀印等: 中国医院药学杂志1984; 4(5):38
- [5] 刘耀华: 药学通报1985; 20(11):656
- [6] 四川医学院主编: 药物化学, 4页, 人民卫生出版社, 1979; 240.