

# 旋光法测定注射用青霉素钾含量的探讨

北京市第一传染病医院 周志钙

中国民航北京医院 李俊平

**提 要** 本文运用旋光法对注射用青霉素钾的含量进行了测定,并与中国药典法进行对照,结果满意。该法准确,简便,快速和回收率好。

注射用青霉素钾含量测定,药典<sup>[1]</sup>采用酸碱法,但该法专属性差,有些干扰因素会影响测定结果的可靠性<sup>[2]</sup>。根据青霉素钾具有较强右旋光性,且比旋度相对差异小, (注:  $[\alpha]_D^{22} = +285 \sim 301^\circ$ )<sup>[3]</sup>,我们应用旋光法测定注射用青霉素钾含量,并与酸碱法进行比较,无显著性差异( $P > 0.05$ )。旋光法具有准确、简便,快速和回收率好等优点。

## 一、仪器与试剂

WXG-4型旋光仪:上海庆大光学仪器厂。

青霉素标准品(钾盐):卫生部生物制品检定所,批号810117,效价1607 u/mg。

注射用青霉素钾(40万 u/支):北京制药厂,6个批号均1986年生产。

氢氧化钠液(0.1 mol/L),盐酸液(0.1 mol/L)均按中国药典1985年版规定方法配制标定。

## 二、旋光稳定性试验

精密称取注射用青霉素钾适量,置100 ml量瓶中,用水作溶媒,制成1.0万 u/ml的溶液,摇匀,供1~3项试验用。

1. 放置时间对旋光度的影响 每隔10分钟测一次旋光度,结果表明旋光度在一个小时内基本无变化(见表1)。

表1 时间对旋光度的影响

| 时 间   | 10'  | 20'  | 30'  | 40'  | 50'  | 60'  |
|-------|------|------|------|------|------|------|
| 旋 光 度 | 3.68 | 3.68 | 3.67 | 3.67 | 3.67 | 3.65 |

2. 温度对旋光度的影响 选择不同温度,分别测定旋光度,结果表明在5~35℃内温度对旋光度影响不大(见表2)。

表2 温度对旋光度的影响

| 温 度   | 5℃   | 10℃  | 20℃  | 30℃  | 35℃  |
|-------|------|------|------|------|------|
| 旋 光 度 | 3.73 | 3.70 | 3.67 | 3.63 | 3.58 |

3. 光对旋光度的影响 先后曝光(日光)一定时间,测定一次旋光度,结果表明光线在30分钟内影响不大(见表3)。

表3 光线对旋光度的影响

| 曝 光 时 间 | 10'  | 20'  | 30'  |
|---------|------|------|------|
| 旋 光 度   | 3.65 | 3.60 | 3.58 |

4. pH值对旋光度的影响 精密称取注射用青霉素钾适量,置100 ml量瓶中,用水作溶媒,制成1.25万 u/ml的溶液,摇匀,精密量取20 ml 4份,各置25 ml量瓶中,用氢氧化钠液(0.1 mol/L)和盐酸液(0.1 mol/L)

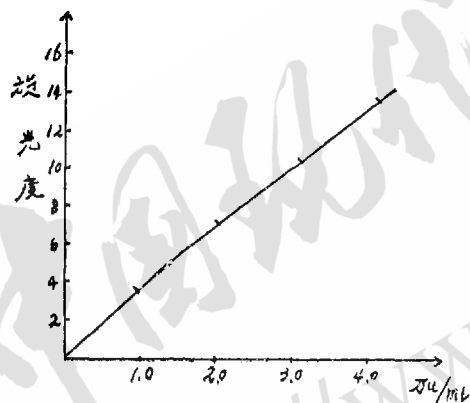
/L)分别调pH值为5.0,6.0,7.0,7.5,加水至刻度,制成1.0万u/ml的溶液,摇匀,分别测定旋光度,结果表明pH值在5.0~7.5范围内对旋光度基本无影响(见表4)。

表4 pH值对旋光度的影响

| pH 值  | 5.0  | 6.0  | 7.0  | 7.5  |
|-------|------|------|------|------|
| 旋 光 度 | 3.67 | 3.67 | 3.68 | 3.68 |

### 三、测定方法

1. 标准曲线的绘制 精密称取青霉素标准品(钾盐)适量,置50 ml量瓶中,用水作溶媒,制成5.0万u/ml的溶液,摇匀,精密量取此液于25 ml量瓶中,用水分别稀释成4.0、3.0、2.0、1.0、0.5万u/ml浓度的溶液,摇匀,分别测定旋光度,以旋光度为纵座标,效价为横座标,绘制标准曲线,见附图。



附图 青霉素钾标准曲线

表6 旋光法与酸碱法比较

| 含量(%) | 编 号    |        |        |        |        |        | 平 均 值       |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|
| 方 法   | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      | 标 准 差       |
| 酸 碱 法 | 101.56 | 101.22 | 100.55 | 101.57 | 102.02 | 100.43 | x = 101.23% |
|       |        |        |        |        |        |        | s = 0.56%   |
|       |        |        |        |        |        |        | cv = 0.06%  |
| 旋 光 法 | 102.35 | 100.82 | 100.95 | 101.00 | 101.47 | 101.64 | x = 101.37% |
|       |        |        |        |        |        |        | s = 0.52%   |
|       |        |        |        |        |        |        | cv = 0.05%  |

$$\text{回归方程 } Y = 0.1420 + 3.5982 X$$

$$\text{相关系数 } r = 0.9998$$

2. 样品测定 精密称取注射用青霉素钾适量(约0.3 g)置25 ml容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀,依法测定旋光度,按回归方程计算其效价,然后按下式计算含量。

百分标示量二

$$\frac{\text{旋光度} - 0.1420}{3.5982} \times 25 \times 10\,000 \times \text{平均装量} \\ = \frac{W \times \text{标示量}}{\times 100\%}$$

### 四、回收试验

精密称取青霉素标准品(钾盐)适量,置25 ml量瓶中,用水作溶媒,分别制成1.6和2.4万u/ml的溶液各三份,摇匀,分别测定旋光度,按回归方程计算回收率,结果见表5。

表5 回收率试验

| 编号 | 应有效价<br>万 u/ml | 实测效价<br>万 u/ml | 回 收 率<br>(%) | 平均值标准<br>差变异系数                        |
|----|----------------|----------------|--------------|---------------------------------------|
| 1  | 1.6            | 1.6072         | 100.45       | x = 99.87%<br>s = 0.49%<br>cv = 0.05% |
| 2  | 1.6            | 1.5886         | 99.29        |                                       |
| 3  | 1.6            | 1.5933         | 99.58        |                                       |
| 4  | 2.4            | 2.4854         | 99.39        | cv = 0.05%                            |
| 5  | 2.4            | 2.3993         | 99.97        |                                       |
| 6  | 2.4            | 2.4132         | 100.55       |                                       |

### 五、旋光法与酸碱法的比较

精取六个批号注射用青霉素钾,用旋光法与酸碱法测定含量,结果见表6

(下转第39页)

(上接第36页)

表6数据经统计学处理,旋光法与酸碱法测定含量的结果基本相近( $P > 0.05$ ),无显著性差异。

## 六、小 结

1. 旋光法与酸碱法测定含量的结果基本相近(无显著性差异,  $P > 0.05$ )。旋光法

准确,简便,快速、可供基层快速检验。

2. 青霉素钾降解产物对旋光法的影响,有待进一步研究。

## 参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国药典, 1985年版, 二部, 212页
- [2] 南京药学院药物分析教研组, 药物分析, 南京: 江苏科学技术出版社, 1981: 795~796.
- [3] 同[2], 1981: 823.