

紫外分光光度法测定头孢氨苄胶囊含量

绍兴市药品检验所(浙江省绍兴市, 312000) 邵水娟

头孢氨苄(Cephalexin, 先锋Ⅳ号)是目前较常用的半合成头孢菌素类抗生素, 结构中含有不稳定的内酰胺环, 易水解生成无抗菌作用的降解产物, 其含量测定, 中国药典及英国药典均采用间接碘量法^{[1][2]}, 美国药典采用微生物法^[3], 均需严格控制反应步骤及条件, 用对照品作平行测定, 方法较繁琐。也有报道^[4]用紫外分光光度法以水为溶剂直接测定头孢氨苄片含量, 唯未考虑降解产物的影响。本文利用头孢氨苄的碱性降解物紫外吸收特性测定其含量, 方法较简便, 重现性较好。

实验部分

一、仪器与试剂

uv-260型分光光度计(日本岛津)

头孢氨苄对照品: 中国药品生物制品检定所, 批号86-0803, 含量91.9%。

头孢氨苄胶囊: 浙江新昌胶丸总厂生产(不含任何辅料)。

磷酸盐缓冲液(pH 7.0) 中国药典一九八五年版。

二、紫外吸收光谱

取本品适量, 二份, 一份加水使溶解, 用缓冲液配制成每1毫升约20 μg的溶液; 另一份经碱性水解后, 盐酸中和, 用缓冲液配制成溶液。均以缓冲液为空白对照, 于190~320 nm波长范围内扫描吸收光谱, 结果见图1, 由图可知, 261±1 nm可作为测定波长。

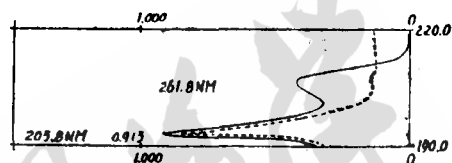


图1 头孢氨苄紫外吸收光谱
(.....为头孢氨苄碱性水解后, 盐酸中和, 缓冲液中的紫外吸收图谱)

三、标准曲线的绘制

精密称取头孢氨苄对照品27.20 mg(含头孢氨苄25.00 mg), 置50 ml量瓶中, 加水适量使溶解, 加水至刻度, 精密吸取1、2、3、4、5、6 ml各两份, 分置于100 ml量瓶中, 分成二组, 一组加缓冲液至刻度, 在261±1 nm处测定吸收度, 以缓冲液为空白对照。另一组加氢氧化钠液(1 mol/L) 5 ml, 摇匀, 放置20分钟, 加盐酸液(1 mol/L) 5 ml, 加缓冲液至刻度, 测定吸收度同上, 以二次吸收度之差(ΔA)为纵座标, 以样品浓度($\mu\text{g/ml}$)为横座标绘制标准曲线, 头孢氨苄在5~30 $\mu\text{g/ml}$ 范围内, 浓度与吸收度呈线性关系, 回归方程为 $C = 52.9101\Delta A + 0.0987$ ($r = 1.0000$ $n = 6$)。溶液在室温放置3小时吸收度无变化, 光线亦无影响。

四、样品测定

将头孢氨苄胶囊内容物混匀, 精密称取约25 mg, 至50 ml量瓶中, 加水适量使溶解, 加水至刻度, 精密吸取4 ml两份, 分置于100 ml量瓶中, 一份加缓冲液至刻度, 在261±1 nm处测定吸收度, 以缓冲液为空白

(下转第22页)

(上接第37页)

白作对照;另一份加氢氧化钠液(1mol/L) 5 ml, 放置20分钟, 加盐酸液(1 mol/L) 5 ml, 加缓冲液至刻度, 测定吸收度同上, 以二者吸收度之差(ΔA), 按回归方程计算, 与药典法比较结果见表1。

表 1 *

批 号	紫外法(%)	药典法(%)
891003	92.2	91.4
891004	91.8	91.1
891005	92.0	91.8

* 为二次测定的平均值, CV 为0.43%

小 结

头孢氨苄于 pH 7.0 的磷酸盐缓冲液中,

在 261 ± 1 nm 波长处有最大吸收峰, 由于其结构中的内酰胺环不稳定易水解, 水解后的降解产物无抗菌作用但在 261 ± 1 nm 波长处也有吸收^[6]; 采用碱性水解前后测得吸收度之差 (ΔA) 测定头孢氨苄含量的方法可避免降解产物对测定的影响, 与药典法测定基本相符。

参 考 文 献

- [1] 中国药典一九八五版二部109页
- [2] B. P. 1988, P 627
- [3] usp, Ⅺ1990, P. 261
- [4] 贾丹兵等, 中国医院药学杂志 1987, 7(4), 172
- [5] 南京药学院: 药物分析, 人民卫生出版社, 1983, 287页