

电荷转移络合—分光光度法测定头孢氨苄的含量

王秀丽 赵一署 (安徽中医学院基础部, 合肥 230038)

胡 玲 (淮南市谢家集区人民医院, 淮南 232052)

摘要 以2,6-二氯苯醌氯亚胺作显色剂, 用电荷转移络合—分光光度法测定头孢氨苄含量。测定波长为510 nm, 在2~12 $\mu\text{g/ml}$ 范围内回归方程为 $A = 0.0575 c - 0.01$ $r = 0.9990$ 平均回收率为 99.34% (RSD = 0.64% $n = 5$) 方法简便、快速。

关键词 分光光度法 电荷转移反应 2,6-二氯苯醌氯亚胺 测定 头孢氨苄

头孢氨苄是头孢菌素第一个可供口服的半合成广谱抗生素。有关头孢氨苄含量测定方法较多。中国药典1990年版用碘量法。此外, 尚有三波长分光光度法^[1]、紫外分光光度法^[2]、旋光法^[3]等。有文献^[4]报道电性差别比较大的两个分子间, 在一定条件下, 能发生电荷转移反应。这类反应可用于某些有机化合物如氨基酸、生物碱、有机胺类药物、吡唑酮类药物等的含量测定。该方法对含氮有机药物具有较高的灵敏度。本文根据该原理提出头孢氨苄

的电荷转移络合—分光光度测定法, 探讨了测定条件。实验结果满意。与药典法比较没有显著差异。

1 仪器与试剂

1.1 721—型分光光度计

1.2 试剂: 5% 2,6-二氯苯醌氯亚胺 试液〔下称显色剂〕按中国药典(90版)附录配制; 头孢氨苄对照品〔印度产, Mo 18/91 合肥第五制药厂提供〕

2 实验条件

2.1 操作步骤 取适量 0.5 mg/ml 头孢氨苄对照

液于25 ml容量瓶内,加显色剂2 ml,在温度为60~65℃的水浴中加热20 min后,取出,冷却至室温,用水定容。同时做空白试验用于参比溶液,用1 cm比色杯、在分光光度计上510 nm处,测定吸光度。

2.2 吸收曲线的测定 取适量头孢氨苄对照液按上述操作显色,在分光光度计上作吸收峰测定。实验结果在510 nm处有最大吸收。

2.3 显色剂用量 用12 μg/ml的头孢氨苄对照液作样品。实验结果表明显色剂用量增至2 ml后吸光度不变,故加2 ml显色剂为宜。

2.4 溶液显色后的稳定性 将头孢氨苄对照液,于不同时间内测定吸光度,实验结果表明生成的络合物至少可以稳定2 h。

2.5 加热时间试验 精密吸取5份同体积的头孢氨苄对照液,按上述操作显色,经不同的加热时间后,分别测定各自吸光度。实验结果表明加热20 min后反应已完全。

2.6 浓度与吸光度的关系 分别精密吸取0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 ml头孢氨苄对照液,按上述操作分别显色,测定各自吸光度,经线性回归,得回归方程为 $A = 0.0575c - 0.01$ $r = 0.9990$ (c的单位为μg/ml)实验表明在2~12 μg/ml浓度范围内,符合比尔定律。

2.7 重现性实验 取4 μg/ml与12 μg/ml的头孢氨苄对照液,进行重现性实验。分别重复测定7次。结果标准差分别为±0.17%与±0.22%。说明该法有良好的重现性。

3 回收率试验

按处方比例精密称取头孢氨苄对照品及辅料,研磨,混和均匀。精密称取适量(约相当于头孢氨苄50 mg),置100 ml容量瓶中,加适量水,振摇使之溶解,用水定容,滤过,弃去初滤液,精密吸取适量续滤液,稀释成不同浓度的溶液,按上述操作测定吸光度,代入回归方程计算,得回收率为99.34% RSD=0.64%。

4 样品含量测定

取20粒头孢氨苄胶囊内容物,精密称定,拌匀。再精密称取适量(约相当于含头孢氨苄50 mg的粉

末,置100 ml容量瓶中,按回收试验项下操作,对不同厂家产品进行测定。本法与药典法测定的标示量的百分含量见附表。

附表:两种方法测定结果与比较

($\bar{X} \pm S\%$, $n=3$)

厂 家	批 号	本 法	药 典 法
A	910602	93.3±0.65	94.88±0.37
B	900616	93.4±0.47	93.1±0.28
C	911006 ⁻¹	92.5±0.56	92.2±0.39
D	891005	91.5±0.39	91.7±0.46

5 讨论

5.1 根据胶囊处方,称取辅料一份,按胶囊含量测定的操作测定吸光度,结果在510 nm波长处,辅料的吸光度极小,对本实验无干扰。因不同厂家所用辅料配方不同,可用辅料作空白试验用作参比溶液,这样可以排除辅料的影响。

5.2 本反应在常温下比较缓慢,可能外电荷转移络合物要有一定时间才能变为内电荷转移络合物的缘故。为了增加反应速度,我们利用水浴加热。实验结果,在60~65℃的水浴中加热较为理想,在20 min内可以完成反应。

5.3 本实验的显色剂比较稳定。室温下,10 d内变化甚微,不影响测定,贮存在冰箱内,一个月内均可使用。本法具有操作简便、快速、试剂易得的特点。平均回收率为99.34%,证明该法可靠。

参 考 文 献

- 1 闻刚斌,房克慧.复方头孢氨苄胶囊的三波长分光光度测定法.中国医药工业杂志,1991,22(5):216~217
- 2 邵水娟.紫外分光光度法测定头孢氨苄胶囊含量.现代应用药学,1991,8(2):37
- 3 孙艺宁.旋光法测定头孢氨苄胶囊含量.中国医院药学杂志,1993,13(3):122
- 4 陈品红.电荷转移络合一分光光度在药物分析应用.中国医院药学杂志,1992,12(4):186

收稿日期:1995-05-23

Determination of Cephalexin by charge Transfer Complexation-Spectrophotometry

Wang Xiu-li et al

(Department of Basic Course, Anhui College of Traditional Chinese
Medicine, Hefei 230038)

Abstract A new spectrophotometric method for the determination of cephalexin using 2,6-dichloroquinonechlorimide has been developed. The wavelength is 510 nm. The regression equation is $A = 0.0575C - 0.01$ ($r = 0.9990$), with the linear range 2—12 $\mu\text{g/ml}$. The average recovery is 99.34% ($\text{RSD} = 0.64\%$ $n = 5$). This method is simple and rapid to give satisfactory results.

Key words spectrophotometry, charge transfer reaction, 2,6-dichloroquinone chlorimide, cephalexin

(on page 38)