

硫酸庆大霉素片的快速比色法测定

许 亚 (江苏省徐州市药品检验所, 徐州221009)

硫酸庆大霉素(I)为临床广泛应用的氨基糖甙类抗生素, 其原料药及片剂均采用微生物法测定含量^[1]。该法虽然准确可靠, 但操作繁琐, 测定周期长, 不适用于片剂的快速分析。本文采用铜试剂中 Cu^{++} 与I在碱性条件下反应形成稳定的复合物^[2], 在555 nm 波长处有最大吸收, 而其它附加剂在此波长没有干扰, 直接测定I片及中间体的含量。实验表明, 本法操作简单、快速, 与微生物法结果基本一致。

1 仪器与试剂

紫外分光光度计: 岛津 UV-260型

硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)、酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)、氢氧化钠(NaOH)均为分析纯试剂。取硫酸铜2.5 g溶于50 ml水中, 另取酒石酸钾钠6.0 g、氢氧化钠5.0 g溶于50 ml水中, 将两液混合备用。

I标准品: 631 u/mg 中国药品生物制品检定所 精密称取I标准品适量, 加蒸馏水溶解配制成30000 u/ml, 备用。

2 测定条件的选择:

取1标准液2.0 ml, 置10 ml容量瓶中, 加碱

性酒石酸铜试液2.0 ml, 加蒸馏水至刻度, 同时作空白, 在400~700 nm 波长范围内测定吸收值(图

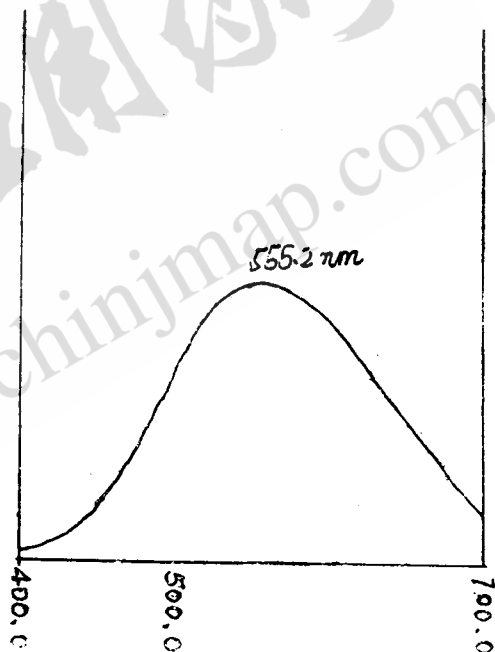


图1 可见区吸收图谱

1) I 标准液在555 nm 波长处最大吸收, 测定波长选择在555 ± 1 nm 波长处。

3 稳定性实验: 按上述方法制备 I 标准液和空白, 分别于 0、5、10、20、30、60、90、120 min 时测定 555 nm 波长处的 A 值, A 值为: 0.295、0.295、0.295、0.295、0.296、0.297、0.297。由此可见在 2 h 内 A 值变化为 0.002, 在 30 min 内 A 值不改变, 测定样品时间可选在 30 min 内完成。

4 标准曲线的制备: 精密吸取 I 标准液 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5 ml, 分别置于 10 ml 容量瓶中, 精密加入碱性酒石酸铜试液 2.0 ml, 加水至刻度, 摇匀, 同时做空白, 在 555 ± 1 nm 波长处测定吸收值, 线性回归得浓度 C 与 A 的回归方程: $A = 0.01246 + 0.00004623C$, $r = 0.9999$ 。

5. 样品测定: 取供试品 12 片 (标示量为 4000 U / 片), 除去糖衣, 研细, 精密加蒸馏水 16.0 ml, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液 2.0 ml, 操作同“标准曲线”, 用回归方程计算含量, 结果见表 1。

6 回收率实验: 精密称取标准品适量, 按处方比例加入辅料, 混匀, 精密称取一定量, 按“样品测定”下方法操作。5 次测定回收率为 99.5~101.2%,

表 1 样品测定结果

方 法	测定结果 (标示量的 %)			
本 法	99.8	100.1	104.3	99.7
微生物法	99.2	98.8	101.8	98.2

平均为 100.7%, RSD 为 0.7%。

结果与讨论:

1. 同一批号的 (I) 片分别用本法和微生物^[3]进行含量测定, 测定结果 (表 1) 经 t 检验表明两种方法结果无显著性差异 ($P > 0.01$)。

2. 本法操作简便, 一份样品 10 min 内即可完成, 试剂及反应生成物均稳定, 与微生物法无显著性差异, 非常适用于药厂的中间体检验及成品检验, 也可用于药房的快速检验。

参 考 文 献

- 1 中国药典 (1990 年版) 二部, 696。
- 2 陈壬荃、陈桂良. 新霉素及其它氨基糖甙类抗生素的分光光度法快速测定. 中国医药工业杂志, 1994.25(2)79
- 3 中国药典 1990 年版第二增补本, 50

收稿日期: 1995—04—29