

· 药物分析与检验 ·

紫外分光光度法测定平阳霉素霜的含量

闫 军 张君仁¹ 王海钠¹ (济南 250001 济南市皮肤病防治院;¹ 济南 250012 山东大学药学院)

摘要 目的:用紫外分光光度法测定平阳霉素霜的含量,为该药提供质量控制方法。方法:紫外分光光度法。结果:平阳霉素甲醇液在 293.5nm 处有最大吸收,在 30~70 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内吸收度与浓度有良好线性关系,其回归方程为 $A=0.01066C-0.008$ ($r=0.99998$),平均回收率($n=5$)为 100.05%, $RSD=0.98\%$ 。结论:该法作为平阳霉素霜剂的含量测定方法,快捷准确,简便易行,适用于医院快检。

关键词 平阳霉素;紫外分光光度法;霜剂

Determination of bleomycin_{A5} cream by ultraviolet spectrophotometry

Yan Jun(Yan J), Zhang Junren(Zhang JR), Wang Haina(Wang HN) (Jinan City Hospital for Skin Diseases Prevention , Jinan 250001)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determine bleomycin_{A5} cream and provide a methods for quality control . **METHODS:** Ultraviolet spectrophotometry was used . **RESULTS:** The maxium absorption of bleomycin_{A5} in methanol is 293.5nm . The absorbance was linear with concentration of bleomycin_{A5} within the range of 30 ~ 70 $\mu\text{g}/\text{ml}$. Its regression equation is $A=0.01066C-0.008$ ($r=0.99998$) . The average recovery of bleomycin_{A5} was 100.05% , $RSD=0.98\%$ ($n=5$) . **CONCLUSION:** The method is simple , quick and accurate for simultaneous determination of bleomycin_{A5} cream .

KEY WORDS bleomycin_{A5} , ultraviolet spectrophotometry , cream

平阳霉素系由平阳链霉菌产生的博来霉素类抗肿瘤抗生素,能够破坏 DNA 模板,阻止 DNA 复制。其霜剂治疗尖锐湿疣等皮肤病取得了良好的疗效^[1]。我们应用紫外分光光度法测定平阳霉素霜的含量,快捷准确,简便易行。

1 仪器和药物

U-2000 紫外分光光度计(日本日立公司),751-GW 型分光光度计(上海分析仪器厂),AE240 电子分析天平(梅特勒-托利多仪器有限公司)。平阳霉素对照品(批号 920701,中国药品生物制品检定所),盐酸平阳霉素(批号 981102,天津天河制药有限公司)。其他药品均为药品或分析纯。

2 处方与制法

2.1 处方 盐酸平阳霉素 0.2g,二甲基硅油 20g,液体石蜡 10g,硬脂酸 8g,十六醇 5g,吐温 80.2g,平平加 O 3g,甘油 10g,尼泊金乙酯 0.1g,蒸馏水适量,制成 100g。

2.2 制法 取油相成份二甲基硅油、液体石蜡、硬脂酸、十六醇置水浴上加热融化至 70~80 $^{\circ}\text{C}$;另取吐温 80、平平加 O、甘油、尼泊金乙酯加水溶解,加热至 70~80 $^{\circ}\text{C}$,于两相同温度时,将油相缓缓加入水相中,搅拌,待温度降至 30 $^{\circ}\text{C}$ 以下将平阳霉素用少许水溶解加入,搅匀,即得。

3 含量测定

3.1 测定波长选择 取盐酸平阳霉素对照品 0.4mg,加甲醇 10ml 溶解,用 U-2000 紫外线分光光度计在 200~400nm 范围内扫描,绘制吸收光谱,见图 1。

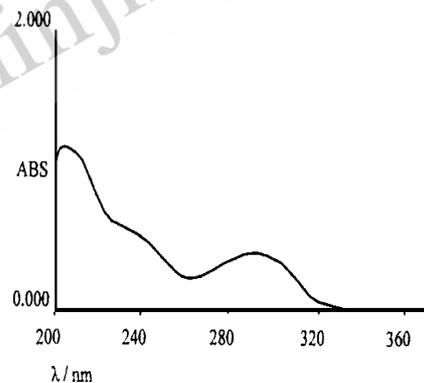


图 1 平阳霉素甲醇溶液紫外光谱

在 203.5 和 293.5nm 处有最大吸收,在 293.5nm 处基质吸收甚小,可忽略,故选用 293.5nm 作为测定波长。

3.2 工作曲线制备 精密称取平阳霉素对照品 10mg,置 50ml 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为储备液,再分别制成每 1ml 含 30,40,50,60 和 70 μg 的溶液,在 293.5nm 处进行吸收度测定,求得回归方程: $A=0.01066C-0.008$, $r=0.99998$ 。结果表明:平阳霉素在 30~70 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内,浓度与吸收度线性关系良好。

3.3 稳定性试验 取上述储备液 5ml 置于 25ml 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,于 0,2,4 和 8h 测定其吸收

度,结果几乎无变化。

3.4 回收率试验 按处方比例精密配制基质,加精密称定平阳霉素对照品适量,置 100 ml 量瓶中用甲醇溶解并稀释至刻度,过滤,滤液在 293.5 nm 处测定吸收度,计算回收率。测得平均回收率($n=5$)为 100.05%,RSD 为 0.98%。见表 1。

表 1 回收率试验结果/ $n=5$

加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	RSD/ %
3.9972	3.9400	98.57	
3.9988	4.0244	100.64	
4.9486	4.9437	99.90	0.98
4.9506	4.9531	100.05	
7.4882	7.5766	101.18	

3.5 精密度试验 批内精密度:采用同一样品配成高、中、低 3 种浓度各 5 份,开机后一次测定完成,计算得批内精密度;批间精密度:配制同上不同浓度的 3 种试液各 5 份,置冰箱冷冻,自配制样品之日,按上述方法操作,每天测定 1 份,计算得批间精密度。见表 2。

表 2 精密度试验结果/ $n=5$

浓度 / $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	批内精密度		批间精密度	
	\bar{x} / %	RSD/ %	\bar{x} / %	RSD/ %
40.03	99.97		103.98	
49.49	100.46	0.69	104.02	2.68
69.28	100.31		104.62	

3.6 样品测定 按回收率试验项下测定 5 个批号样品,见

表 3。

表 3 平阳霉素霜样品含量测定/ $n=5$

批号	含量/ %	RSD/ %
990102	100.20	1.21
990115	101.09	1.19
990208	100.57	1.32
990304	99.98	1.25
990421	100.21	1.27

4 小结

平阳霉素化学性质较稳定,15~25℃,原料药粉末 2 年不降低效价,水溶液 1 年不失活性。目前,国内仅有注射用平阳霉素成品生产,临床应用的霜剂均为自制制剂,文献报道的平阳霉素含量测定方法仅有高效液相法^[2],不适用于医院制剂的快检。本文采用紫外分光光度法对盐酸平阳霉素进行含量测定,该法快捷准确,操作简单适用。本试验用甲醇做溶媒,平阳霉素及其他成分均能溶解,较蒸馏水做溶媒易得透明澄清的溶液。

参考文献

- 1 闫军,陈声利,马秀华,等.平阳霉素治疗尖锐湿疣 78 例疗效观察.中华皮肤科杂志,2000,33(3):198.
- 2 刘玉芬.高效液相色谱法分离测定平阳霉素.中国抗生素杂志,1993,(1):73.