

一阶导数光谱法测定制霉素胶囊的含量

郭伶,徐楚鸿(华中科技大学同济医学院附属协和医院,湖北 武汉 430022)

摘要:目的 建立制霉素胶囊的含量测定方法。方法 采用一阶导数分光光度法于 319nm 波长处测定制霉素胶囊的含量。结果 制霉素线性范围为 $9.8 \sim 49 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r = 0.9993, n = 5$), 平均回收率为 98.63% ($RSD = 1.72\%, n = 9$)。结论 本方法简便、准确、快速,可用于产品质量控制。

关键词:制霉素;一阶导数;含量测定

中图分类号:R917.02;R927.2

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2003)06-0513-02

Determination of nysfungin capsule by first derivative spectrophotometry

GUO Ling, XU Chu-hong (Union Hospital, Tongji Medical College, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430022, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To determine the content of nysfungin capsule. **METHOD** First Derivative Spectrophotometry was used. **RESULTS** The linear relation was obtained in the range of $9.8 \sim 49 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r = 0.9993, n = 5$), the average recovery was 98.63% ($RSD = 1.72\%, n = 9$). **CONCLUSION** The method is simple and rapid, and it can be used for the quality control of nysfungin capsule.

KEY WORDS: nysfungin; first order derivative spectrophotometry; content

制霉素为抗真菌类药,通过与真菌细胞膜上的类固醇物质结合而增加细胞膜的通透性,使细胞内容及 K^+ 等外漏而杀死真菌,常用于局部涂敷[陈钟英,刘天培,杨玉.临床药物手册.第三版.上海科学技术出版社,1995:62.].为了更好地对本品进行质量控制,本实验建立一阶导数光谱法测定制霉素胶囊的含量。

1 仪器与试剂

UV-260 紫外分光光度计(日本岛津);制霉素对照品(浙江震元制药厂,批号:2000613);制霉素胶囊(本院制剂室生产,批号:20010421,20010512,20010605);其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 制霉素储备液

精密称取制霉素标准品 4.9 mL,置 100 mL 量瓶中,用无水乙醇溶解后定容至刻度,得 $49 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 储备液备用。

2.2 导数光谱测定

精密量取制霉素储备液 6 mL 置于 10 mL 量瓶中,用无水乙醇定容至刻度备用,同时按处方比例配制辅料葡萄糖的测定溶液。以无水乙醇溶液为空白,分别测定各自的零阶导数光谱及一阶导数光谱。一阶导数光谱的测试条件:波长范围 200~400 nm,狭缝 2 nm,吸收范围 -1~1, $\Delta\lambda = 2 \text{ nm}$ 。一阶导数光谱扫描结果见图 1。

由图 1 可知,用一阶导数光谱方法测定时,在 319 nm 波长处,制霉素有较好的吸收,而葡萄糖在此处无吸收。因此我们选择此处作为制霉素的测定波长,可直接测定其含量,并且能很好地避免辅料对主药测量的干扰。

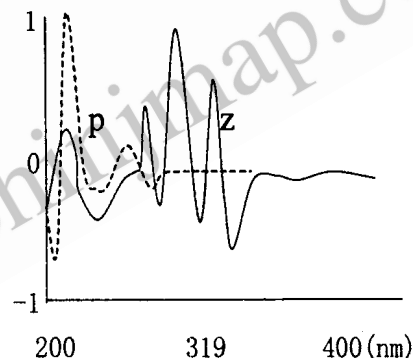


图 1 导数光谱图

Fig 1 First derivative spectrogram of nysfungin p 为葡萄糖; z 为制霉素

p: glucose; z: Nysfungin

2.3 标准曲线绘制

精密量取制霉素储备液 2, 4, 6, 8, 10 mL 分置 10 mL 量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,于 319 nm 波长处测定 D 值,以浓度对 D 值做回归,得标准曲线。 $C = -0.2881 - 78.1678 D, r = 0.9993$ 。

2.4 精密度试验

按“2.3”项下操作,分别于同日或不同日期测定,其日内和日间 RSD 分别为 0.77% 和 1.12% ($n = 9$)

2.5 回收率试验

精密量取制霉素储备液 3, 6, 8 mL 各 3 份,分置于 10 mL 量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,于 319 nm 波长处测定 D 值,代入回归方程计算,其平均回收率为 98.63% ($RSD =$

1.72%, $n = 9$)。

2.6 样品含量测定

取 10 粒制霉菌素胶囊,倒出内容物,于研钵中研匀,精密称取粉末 0.5 g(相当于制霉菌素 20 mg)于烧杯中,加无水乙醇适量超声 15 min 溶解过滤,转移至 100 mL 量瓶中用无水乙醇定容,取上述液 1 mL 于 10 mL 量瓶中,用无水乙醇定容,于 319 nm 波长处测定 D 值,计算含量。三个批号的制霉菌素胶囊的平均含量分别为标示量的百分含量 100.67%, 100.01%, 99.37%。

3 讨论

制霉菌素胶囊在我院妇科应用多年,效果良好。但其主药含量相对较少,在配制过程中不易控制,因此对其工艺进行控制是必要的。

本制剂辅料主要为葡萄糖,直接采用紫外分光光度法时对主药的含量测定有干扰,因此我们选用一阶导数光谱法进行测定。一阶导数光谱图显示,在 319 nm 波长处制霉菌素有较好的吸收,而在此波长处辅料无干扰,故选用 319 nm 为测定波长测定 D 值。

本方法简便、准确,可用于产品质量控制。

收稿日期:2002-07-02