

系数倍率分光光度法测定氯霉素片的含量

梁伟(浙江省宁波市天衡制药有限公司,浙江 宁波 315201)

摘要:目的 建立氯霉素片的含量测定方法。方法 系数倍率分光光度法测定氯霉素片的含量,以 278nm 为测定波长,350nm 为参比波长。结果 氯霉素标准品在 $5\mu\text{g/mL} \sim 40\mu\text{g/mL}$ 的范围内与 ΔA 呈良好的线性关系($r = 1.0000$),平均回收率($n = 8$)为 99.70%, $\text{RSD} = 0.39\%$,与药典法测定结果无显著差异。结论 本法操作简便、省时,结果准确可靠。

关键词:氯霉素片;含量测定;系数倍率分光光度法

中图分类号:R917.795.2

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2006)08-0799-02

Determination of Chloramphenicol in Tablets by K-ratio Spectrophotometry

LIANG Wei(Ningbo Team Pharmaceutical Co.,Ltd. Zhejiang, Ningbo 315201, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish the determination of chloramphenicol in tablets. **METHODS** The determination of chloramphenicol was carried out by K-ratio spectrophotometry with detecting wavelength 278 nm and reference wavelength 350nm. **RESULTS**

The linear range of chloramphenicol was 5μg/mL ~40μg/mL($r = 1.0000$), The average recovery ($n = 8$) was 99.70%, RSD was 0.39%, The result was identical to that assayed by the method introduced in pharmacopoeia. **CONCLUSION** This method is simple, the analytical results were reliable and accurate.

KEY WORDS:Chloramphenicol tablet; assay; K-ratio spectrophotometry

关于氯霉素片剂的含量测定,中国药典采用去除糖衣后,对片芯进行紫外分光光度法测定,该方法均麻烦、费时。为消除氯霉素片的糖衣及片心赋形剂的干扰,曾有报道用一阶导数法测定。本方采用系数倍率分光光度法,不经分离,直接测定,结果满意。

1 仪器与试剂

岛津 UV-265 型紫外分光光度计;氯霉素标准品(中国药品生物制品检定所);氯霉素片(市售);淀粉、糊精、蔗糖、滑石粉、川蜡、阿拉伯树胶、二甲基硅油、硬脂酸镁及食用色素(均为浙南制药厂提供)。

2 方法与结果

2.1 光谱曲线的绘制 配制适当的浓度的氯霉素标准品水溶液;按处方比例的辅料水溶液及两者混合液,在 220 ~ 350nm 波长范围内扫描得吸收光谱。

2.2 波长对的选择 由图谱可知,氯霉素在 $\lambda_{2=278nm}$ 时有最大吸收;在 $\lambda_{1=350nm}$ 时吸收度较小,而辅料吸收曲线在此范围为一一直线,故取氯霉素的测定波长为 λ_2 ,参比波长为 λ_1 。

2.3 K 值的测定 配制 3 种不同浓度的辅料溶液,并在 λ_1 λ_2 波长处分别测定吸光度 A_1 、 A_2 ,按倍率系数 $K = A_2 / A_1$,计算 K 值。结果平均值 $K = 1.1197$ 。

2.4 氯霉素稳定性试验 配制氯霉素标准品水溶液 15, 20μg/mL,放置 0、2、4、8、24h,分别在 λ_1 和 λ_2 波长处测定吸光度 A_1 、 A_2 。按 $\Delta_A = A_2 - K A_1$,计算 ΔA 值,结果表明 24h 内 Δ_A 值几乎不变。

2.5 标准曲线测定 精密称取氯霉素标准品 50mg,置 50mL 量瓶中。加乙醇 5mL 溶解,再用水稀释至刻度,摇匀。精密量取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0mL 置 100mL 量瓶中。加水定容,摇匀。以水为空白,分别于 λ_2 和 λ_1 波长处测定吸光度 A_2 、 A_1 ,按 $\Delta_A = A_2 - K A_1$ 计算 Δ_A 值。结果表明,氯霉素浓度 C 在 5 ~ 40μg/mL 范围内与 ΔA 值呈良好线形关系,其回归方程 $C = 35.5483\Delta A - 0.0159(r = 1.0000)$ 。

2.6 回收率试验 精密称取氯霉素标准品 0.2g,置 100mL 量瓶中,按处方配比加入糖衣及片芯赋形剂,加乙醇 20mL 使氯霉素溶解,再加水至刻度,摇匀。取 1mL 置 100mL 量瓶中,加水定容,以水为空白,分别在 λ_2 和 λ_1 波长处测定吸光度 A_2 、 A_1 ,按 $\Delta_A = A_2 - K A_1$,计算 ΔA 值,并加入回归方程,

结果平均回收率为 99.70% ($n = 8$),RSD = 0.39(见表 1)。

表 1 氯霉素回收率测定结果

Tab 1 Results of recovery test				
投入量(g)	测定量(g)	回收率(%)	$\bar{x} \pm s$	HSD(%)
0.1652	0.1652	100.18	99.70 ± 0.39	0.39
0.2065	0.2053	99.42		
0.2478	0.2479	100.04		
0.2230	0.2232	100.09		
0.1982	0.1980	99.90		
0.2178	0.2163	99.31		
0.2395	0.2379	99.33		
0.2313	0.2297	99.31		

2.7 氯霉素片的测定 取氯霉素片 4 片,研细,用乙醇 100mL 分次研磨使氯霉素溶解,并全部转移至 500mL 量瓶中,加水定容,摇匀。以下同回收率项下操作,“取 1mL 置 100mL 量瓶中……,代入回归方程”。系数倍率法和药典法测定 7 批样品的结果见表 2。经 t 检验,两组方法无显著性差异。

表 2 氯霉素片含量测定结果(标示量%)

Tab 2 Assay of Chloramphenicol in tablets (labelled, amount) %			
厂家	批号	系数倍率法	药典法
A	930401	98.82	98.69
A	920908	98.10	98.92
B	930105	96.31	96.84
B	930106	94.76	94.35
C	930203	97.78	97.78
C	930204	96.82	96.74
C	901205	98.70	98.56

3 讨论

3.1 中国药典法测氯霉素片含量,需去除糖衣,操作极为不便,而系数倍率法可消除糖衣及片芯赋形剂的干扰,且不受浑浊度的影响,故可不过过滤直接测定,使操作简便、省时,结果准确可靠。

3.2 本法亦可利用岛津 UV-265 型分光光度计上的多波长功能,直接测定按 $\Delta A = A_2 - K A_1$ 值,并打印出结果,使操作更为简便。