

甲砒霉素含量测定方法的改进

吴晨帆 (浙江省医药科技公司, 杭州 310006)

邵 雁 (江干区人民医院, 杭州 310016)

甲砒霉素含量测定方法按中国药典 1995 年版规定为: 在碱性条件下水解 4 小时, 再用银量法测定氯含量而得。此法较费时, 本文采用紫外分光光度法用水为溶剂 (本品在水中微溶) 在波长 225nm 处测定甲砒霉素的吸收度 (A), 然后通过 E 值计算含量。该方法操作简单, 稳定性好, 结果满意。

1 操作方法

取甲砒霉素约 0.035g, 精密称定, 置于 250ml 量瓶中, 加水在 40℃ 水浴中溶解, 并加水至刻度, 摇匀。再精密量取 10ml 置 100ml 量瓶中, 加水至刻度摇匀, 制成 0.0015% 溶液, 用分光光度法, 在波长 225nm 处测定吸收值, 按 $C_{12}H_{15}C_{12}NO_5S$ 的吸收系数为 382 计算含量。

2 实验条件选择

2.1 波长

称本品加水制成一定浓度的溶液, 在波长 190

~ 330nm 之间扫描, 最大吸收波长分别为 225.1、224.8、225.7nm, 故定 λ_{max} 为 225nm。

2.2 稳定性试验:

2.2.1 在水中

取本品适量制成 0.0015% 的水溶液, 在波长 225nm 处, 测定其吸收度, 并在 15'、30'、1hr、2hr、24hr、48hr 测定其吸收度, 结果无变化。

2.2.2 对光

称取本品约 0.035g 于 250ml 量瓶中, 加水至刻度后, 摇匀, 吸取 10ml 于棕色量瓶中, 另吸取 10ml 于 100ml 无色容量瓶中, 分别加水至刻度摇匀, 在波长 225nm 处分别测定吸收值, 然后一起放置在太阳光下暴晒 4 小时, 再在波长 225nm 处分别测定吸收值, 其值不变。说明对光稳定。

2.2.3 线性试验:

精密称取甲砒霉素 0.04964g 于 250ml 量瓶中,

加水溶解(40℃水浴)并加水至刻度摇匀。分别精密吸取1、2、3、4、5、6、7、8、9ml于9个100ml量瓶中,加水至刻度摇匀,在225nm处测定吸收度,经计算, $r=0.9998$ 、 $k=26.134$ 、 $b=0.0379$,结果成线性。本品水溶液吸收度与浓度在0至0.0018g/100ml的范围内符合比马定律。

4 E值的测定:

精密称取甲砒霉素对照品(日本进口)4份,每份约0.035g,分别置于250ml容量瓶中,在40℃水浴中溶解,再加水至刻度,摇匀。每瓶分别精密量取

10ml、5ml于100ml量瓶中,加水至刻度摇匀,制成浓稀两种浓度的溶液,在5台不同型号的分光光度计在225nm处测定吸收值(A),计算成E值。

$$\bar{X}=381.98 \quad RSD=0.56\% \quad \text{故定 } E=382$$

5 药典法与本法对甲砒霉素含量测定对照:

本法测得八批含量稍高于中国药典法,但 $\sum =0.65$, $n=8$,最高为100.6%,最低为99.64%,均符合药典标准。

收稿日期:1997—05