

染料比色法测定硫酸阿米卡星注射液的含量

吴福祥(定西地区药品检验所,甘肃 定西 743000)

摘要:目的 应用染料比色法测定硫酸阿米卡星注射液的含量。方法 依据阿米卡星与溴麝香草酚蓝(BTB)在 pH6.5 的磷酸盐缓冲液中反应生成的络合物的光谱特征,选择 426nm 作为测定波长。结果 阿米卡星浓度在 30~90 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的范围内与吸收度呈良好线性关系($r=0.9995$),平均回收率为 100.3% ($n=5$),RSD 为 0.8%。结论 本法快速、简便,结果准确。

关键词:染料比色法;溴麝香草酚蓝;硫酸阿米卡星注射液

中图分类号:R917.795 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2003)01-0050-02

Determination of amikacin sulfate injection by colorimetry

WU Fu-xiang(Dingxi Institute for Drug control, Dingxi 743000, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To determine amikacin sulfate injection by colorimetry. **METHOD** On the basis of the feature of spectrometry for a soluble complex, the product of the reaction between amikacin and bromothymol blue in pH6.5 buffer solution, 426nm was chosen as its determination wavelength. **RESULTS** The concentration of amikacin was linear ($r=0.9995$) with in 30~90 $\mu\text{g}/\text{mL}$. The average recovery was 100.3%. RSD was 0.8% ($n=5$). **CONCLUSION** The method is rapid, simple and accurate.

KEY WORDS:dye colorimetry; bromothymol blue; amikacin sulfate injection

硫酸阿米卡星为氨基糖苷类广谱抗生素,中国药典采用微生物检定法测定其效价^[1],本实验根据有机碱在一定 pH 介质中与染料 BTB 反应生成的络合物,能被有机溶媒定量提取的原理^[2],设计了染料比色测定法,结果满意。

1 仪器与试剂

UVI20-02 型分光光度计(日本岛津);阿米卡星标准品,效价测定用培养基(中国药品生物制品检定所);0.1% BTB 溶液(将配制成的 0.1% BTB 溶液^[1]用氯仿反复萃取至氯仿层无色后,分取水层备用);pH6.5 磷酸盐缓冲液(按中国药典 2000 年版二部配制);硫酸阿米卡星注射液(市售品);其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 吸收光谱的测定

精密称取阿米卡星标准品适量,以水为溶媒,配制含阿米卡星 50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液。精密量取该溶液 1.0mL,置 100mL 分液漏斗中,加 0.1% BTB 溶液 6.0mL, pH6.5 磷酸盐缓冲液 8.0mL,再加氯仿 15.0mL,振摇 1min,静置 30min,分取氯仿层。同法以水为空白对照,在 350~500nm 波长范围内扫描,结果在(426 \pm 2)nm 处有最大吸收,见图 1。

2.2 标准曲线的制备

精密量取含阿米卡星标准品 50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8mL,置 100mL 分液漏斗中,分别加入 0.1% BTB 溶液 3.6, 4.8, 6.0, 7.2, 8.4, 9.6, 10.8mL, pH6.5 磷酸盐缓冲液适量,使水相总体积为 15.0mL,按“2.1”项下方法,于 426nm 处分别测定吸收度,绘制标准曲线,见图 2。结果表明,阿米卡星浓度在 30.0~90.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的范围

内,吸收度与浓度呈良好线性关系,其回归方程为: $C=166.172A-9.151$, $r=0.9995$ 。

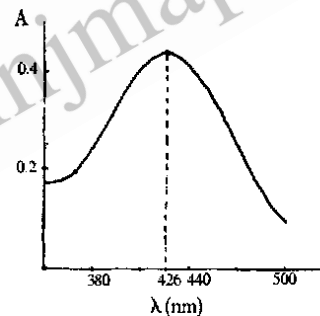


图 1 络合物色谱图

Fig 1 The chromatogram of a soluble complex

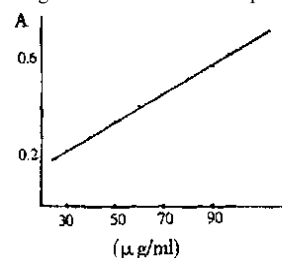


图 2 标准曲线

Fig 2 The standard curve

2.3 稳定性试验

取“2.1”项下的测定液密闭、避光保存,分别于 1, 2, 4, 8, 12, 24h 测定吸收度,结果吸收度不变。

2.4 重复性试验

取硫酸阿米卡星注射液(样品 1)3 份,按标示量制成 60.

0,50.0,40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液,分别取上述三种溶液各1.0mL,照“2.1”项下方法在426nm处各测定3次,计算阿米卡星含量,RSD为1.4%($n=9$)。

2.5 回收率试验

取已知含量的硫酸阿米卡星注射液,用水稀释成含硫酸阿米卡星25.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液,取该溶液1.0mL5份分别置100mL分液漏斗中,另分别精密量取含阿米卡星标准品50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的水溶液0.7,0.9,1.1,1.3,1.5mL置上述分液漏斗中,按“2.2”项下方法测定,计算阿米卡星的加样回收率,结果见表1。

表1 回收率试验结果

Tab 1 The recovery of the assay

序号	样品含量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
1	25.0	35.0	59.8	99.7		
2	25.0	45.0	71.1	101.6		
3	25.0	55.0	80.5	100.6	100.3	0.8
4	25.0	65.0	89.7	99.7		
5	25.0	75.0	99.9	99.9		

2.6 样品测定

取硫酸阿米卡星注射液,按标示量加水制成50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液,取该溶液1.0mL,照“2.1”项下方法在426nm处测定吸收度,根据回归方程,计算样品含量,并与药典法比较,结果见表2。

表2 样品含量测定结果(%, $\bar{x}\pm s,n=3$)

Tab 2 The content of sample assay (%, $\bar{x}\pm s,n=3$)

样品	BTB法	药典法
1	90.28 \pm 0.27	91.23 \pm 0.14
2	93.61 \pm 0.18	92.80 \pm 0.32
3	96.74 \pm 0.33	96.26 \pm 0.25
4	92.47 \pm 0.22	93.82 \pm 0.28

3 讨论

3.1 BTB的用量直接影响吸收度的大小,试验结果表明,当BTB(0.1%):样品(50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)>6:1时,吸收度基本保持一致,故BTB用量为样品6倍。

3.2 由于氯仿易挥发而影响吸收度,因此,氯仿提取物应置密闭容器中避光保存。

3.3 该法快速、简便,可用于药品生产过程中的快速检验。

参考文献

- [1] 中国药典2000年版.二部[S].2000:873,附录174,176.
- [2] 安登魁主编.药物分析.第三版[M].北京:人民卫生出版社,1995:160.

收稿日期:2001-08-20