

## · 药品分析 ·

## 比色法测定链霉素滴眼液含量

桐庐县药品检验所 孙树华

鉴于目前国内各省、市的制剂手册上收载的链霉素滴眼液均无含量测定方法,同时链霉素的含量(效价)测定方法主要采用抗生素微生物检定法。<sup>[1-2]</sup>此方法一般医院制剂室难以开展。本文即在文献<sup>[2-5]</sup>的基础上,利用链霉素在碱性溶液中,经分子重排、消除反应后生成麦芽酚,可与铁离子( $\text{Fe}^{+++}$ )结合形成紫红色络合物的性质,采用比色法测定链霉素滴眼液的含量。方法简便、结果满意。

## 一、仪器与试剂

721型分光光度计(上海第三分析仪器厂)

链霉素国家标准品,北京药品生物制品检定所提供,批号:800811,1毫克相当于741单位。

显色剂:1.5%硫酸铁铵的0.25 mol/L硫酸液

## 二、标准曲线绘制

精密称取链霉素标准品0.05 g,于50 ml量瓶中加水至刻度。即得1 mg/ml链霉素标准液。

精密吸取链霉素标准液0.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0 ml,分别置于试管中,各加0.2 mol/L氢氧化钠液(0.2 mol/L)5 ml,于热水浴中加热10分钟,自来水水流中冷却,分别转入25 ml量瓶中,各加显色剂3 ml,加水至刻度。摇匀、静置20分钟后,用未加标准液的作空白,于525 nm处以2 cm吸

池测定其吸收值。得回归方程为: $A = 24.0533C - 0.0145$ ,  $r = 0.9996$ 。标准曲线如图1。

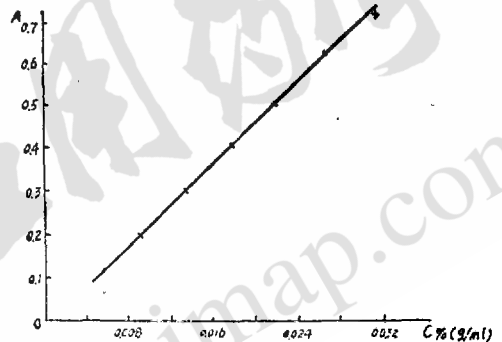


图1 链霉素标准曲线

## 三、回收率试验

精密称取链霉素标准品,按文献<sup>[6]</sup>中的处方,模拟配制5份1%链霉素滴眼液。取5 ml分别置于试管中,各加氢氧化钠液(0.2 mol/L)5 ml,照“标准曲线绘制”自“热水浴中加热10分钟”,起,依法测定。测得的吸收值,按回归方程计算含量,结果如表1。

表1 回收率测定

编号	投入量 (g)	测得量 (g)	回收率 (%)
1	0.0681	0.0671	98.53
2	0.0635	0.0629	99.06
3	0.0486	0.0491	101.03
4	0.0465	0.0464	99.78
5	0.0467	0.0467	100.00
			$\bar{x} = 99.68\%$
			$SD = 0.9542$
			$CV = 0.9573\%$

#### 四、供试品测定

精密吸取1%链霉素滴眼液供试品10 ml, 置于100 ml量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。精密吸取5 ml置于试管中, 加氢氧化钠液(0.2 mol/L) 5 ml, 照“标准曲线绘制”

自“热水浴中加热10分钟”起, 依法测定。并用链霉素标准液作对照。测得结果分别用回归方程和标准品对比法计算含量。结果如表2。

表2 供试品含量测定结果

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
批号	870604	871022	880708 -1	880708 -2	880708 -3	880708 -4	880708 -5	880711 -1	880711 -2	880711 -3	880711 -4
回归法C%(g/ml)	1.34	1.30	1.42	1.32	1.32	1.35	1.31	1.15	1.13	1.13	1.11
对比法C%(g/ml)	1.35	1.30	1.43	1.32	1.32	1.36	1.31	1.11	1.08	1.09	1.07
相当效价 (万u/100ml)	100.04	96.33	105.96	97.81	97.81	100.78	97.07	82.25	80.23	80.77	79.29

#### 五、重现性试验

取同一批供试品, 用本法测定其含量, 重复四次, 结果如表3。

表3 重现性试验结果

测定次数	1	2	3	4	SD	CV(%)
吸收值 (A)	0.641	0.640	0.640	0.640		
浓度 (C% g/ml)	1.363	1.361	1.361	1.361	0.001	0.0734

#### 六、讨论与小结

麦芽酚反应为链霉素的专一反应, 实验发现麦芽酚与Fe<sup>+++</sup>产生的紫红色络合物放置1小时后吸收值完全不变。放置12小时后吸收值几无变化, 说明在此实验条件下是稳定的。

供试品的含量可以用回归方程计算, 也可用标准品直接对比进行计算。经对11个供试品含量的两种计算结果(如表2)数理统计处理, 并无显著差异(P>0.05)。

医院制剂室在配制链霉素滴眼液时, 一

般直接使用100万u的注射用硫酸链霉素粉配制。通过实验发现, 其含量大大超过文献<sup>[6]</sup>中规定的量(如表2中1~7批)。而经称量后配制, 则每100 ml中的链霉素效价单位较低(如表2中8~11批)。因此笔者认为链霉素的投入量以克为单位似嫌欠妥, 还是文献<sup>[7]</sup>中以效价单位表示较为合理。

#### 参考文献

- [1] 中国药典(二部)550页, 1985
- [2] BP, 1980, Addendum 1982, 107-108
- [3] Schenck, J. R. J. Am. Chem. Soc. 67, 2276, 1945
- [4] Eisenman, W. Anal. Chem. 21, 1507, 1949
- [5] 安登魁编: 药物分析, 第二版, 北京, 人民卫生出版社, 1987; 222
- [6] 医院制剂手册, 第一版, 浙江人民出版社, 1978; 406
- [7] 浙江省卫生厅编: 浙江省医院制剂规范, 第一版, 浙江科学技术出版社, 1988; 396