

分光光度法测定盐酸林可霉素制剂的含量

张锁西 张 玫 (江苏省药品检验院, 南京 210008)

中国药典测定盐酸林可霉素制剂的含量采用微生物检定法^[1], 操作繁琐时间长, 误差大。本文采用分光光度法; 盐酸林可霉素中的硫原子与高碘酸钾在酸性介质中发生氧化还原反应, 释放出碘, 经环己烷提取在 520 nm 波长处测定吸收值^[2]。本法与药典法比较, 结果满意, 具有快速、准确、简便等优点。

1 仪器与试剂

UV-2201 型紫外分光光度计(日本岛津)。1% 高碘酸钾溶液, 硫酸溶液(3→10), 环己烷(分析纯)。盐酸林可霉素标准品(中国药品生物制品检定所), 盐酸林可霉素制剂样品(苏州第三制药厂、扬州制药厂、泰兴市制药厂)。

2 实验方法与结果

2.1 测定方法 精密称取样品及标准品适量, 加水制成 3 mg/ml 浓度的溶液, 分别置 25 ml 具塞试管中, 加 3 ml 1% 高碘酸钾溶液、2 ml 硫酸溶液, 混匀。再加 10 ml 环己烷于 60°C 水浴 45 分钟, 放冷, 将环己烷层转到 25 ml 容量瓶中, 再用 10 ml 环己烷在室温下提取 2 次, 合并提取液, 用环己烷稀释至刻度, 同时作空白试验, 在 520 nm 波长处测定吸收度。

2.2 标准曲线的制备 精密称取盐酸林可霉素标准品 150 mg 置 50 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 1.00、1.50、2.00、2.50、3.00 ml, 置 25 ml 具塞试管中, 按上述方法测定, 以浓度为横坐标, 吸收值为纵坐标绘制标准曲线, 得回归方程:

$$C = 21.072A + 0.0303 \quad r = 0.9996 \quad (n = 6)$$

2.3 回收率试验 片剂、注射剂、胶囊剂按处方比例分别制成 6 份制剂小样^[3], 按上述方法测定回收率, 结果: 片剂, 99.84%(n = 6), RSD 为 0.10%, 注射剂 99.83%(n = 6), RSD 为 0.18% 胶囊剂 99.84%, RSD 为 0.3%。

2.4 干扰试验测定 按处方配比, 分别称各辅料不加入样品, 按上述测定方法测定。结果表明各辅料对测定无干扰。

3 结果与讨论

3.1 严格控制水浴加热时间和温度, 在这样条件下, 浓度与吸收值具有线性关系。为了证明方法的有效性、可行性及结果的重现性, 用不同浓度的盐酸林可霉素重复 6 次实验, 相对标准偏差 < 1%。

3.2 本法与微生物检定法比较, 结果较满意、可行, 测定结果在误差范围内, 结果见表 1。

表 1 含量测定结果比较(% n=3)

厂名	剂型	批号	本法测定	药典法
			(%)	(%)
A	片剂	940224	98.10	97.23
		940225	98.42	97.08
		940226	98.67	96.98
B	胶囊	950213	99.26	98.42
		950215	98.97	99.01
		950216	99.75	98.85
C	注射液	941101	99.01	97.22
		941102	99.62	98.15
		941103	98.54	97.98

参 考 文 献

- 1 中国药典。1990。二部，496—498
- 2 Fawzy A. et al Spectrophotometric and Titrimetric Determination of Clindamycin Hydrochloride in Pharmaceutical Prepara-

- tions. The Analyst 1993. May Vol 118 No. 5. 577—579
- 3 顾学裘. 药物制剂注解. 北京: 人民卫生出版社, 1983.

收稿日期: 1995—06—14