

一阶导数光谱法测定复方红甲凝胶中乳糖酸红霉素的含量

渠洪华 马力 丁文锋(武汉 430022 同济医科大学附属协和医院)

摘要 目的:建立测定复方红甲凝胶中乳糖酸红霉素的含量测定方法。方法:以一阶导数光谱的谷-零位值法测定乳糖酸红霉素的含量,测定波长 $\lambda_{\text{谷}} = 490 \pm 1\text{nm}$ 。结果:回收率 100.6%,RSD 为 3.1%,线性范围 40~120 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。结论:方法简便,结果准确,重现性好,适合于该制剂的含量测定。

关键词 一阶导数光谱法;乳糖酸红霉素;含量测定

Determination of erythromycin lactobionate in compound erythromycin - metronidazole gelation by the first derivative spectrophotometry

Qu Honghua(Qu HH), Ma Li(Ma L), Ding Wenfeng(Ding WF)(Tonji Medical University Union Hospital, Whhan 430022)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish an accurate method for the determination of erythromycin lactobionate in compound erythromycin - metronidazole gelation by the first derivative. **METHOD:** A first derivative spectrophotometric method was used by valley - zero method for the determination of erythromycin lactobionate the wave length of determination was $490 \pm 1\text{nm}$. **RESULTS:** The recovery was 100.6%. The relative standard deviation was 3.1%. The linear range was 40 ~ 120 $\mu\text{g}/\text{ml}$. **CONCLUSION:** The method was convenient, rapid, accurate and suitable as assay of the preparation

乳糖酸红霉素是抑菌性的大环内酯类抗生素,高浓度时具有杀菌作用,抗菌谱与青霉素相似,主要用于对青霉素耐药的葡萄球菌感染。对乳糖酸红霉素进行含量测定常用的方法为抗生素微生物检定法^[1],其方法操作比较繁琐,本文采用一阶导数光谱法对乳糖酸红霉素进行含量测定,可消除干扰,方法简便,结果准确,重现性好。

1 仪器药品与试剂

1.1 仪器

UV-260 型紫外分光光度计(日本岛津)。

1.2 药品

乳糖酸红霉素粉针剂 30 万单位 \times 1 支(大连制药厂,批号:960325)。所用试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 实验条件的选择

2.1.1 测定条件:波长扫描范围 400~550nm,测定方式:ABS 范围 -0.5~+0.5,波长间隔 $\Delta\lambda = 2\text{nm}$,狭缝 1nm,上限 0.2,下限 -0.2,纸速 20nm/cm,快速扫描。

2.1.2 光谱曲线的绘制:取乳糖酸红霉素适量,用磷酸盐缓冲液溶解,加入硫酸(750 \rightarrow 1000)适量^[2],再用磷酸盐缓冲液稀释成 60 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,另配制空白附加剂溶液,以磷酸盐缓冲液作空白,于 400~550nm 波长范

围扫描绘制零阶光谱和一阶导数光谱。乳糖酸红霉素的零阶导数光谱在 $482 \pm 1\text{nm}$ 波长处有最大吸收,空白附加剂在此为一线性吸收,故对乳糖酸红霉素的测定结果有影响;在一阶导数光谱中,乳糖酸红霉素在 $490 \pm 1\text{nm}$ 波长处有一波谷,而空白附加剂在此处则与基线重叠,对测定无干扰,故选择一阶导数谷-零法测定该制剂中乳糖酸红霉素的含量,吸收峰位为 $490 \pm 1\text{nm}$,利用仪器可直接读出谷-零处的吸收值。

2.2 显色时间及稳定性试验

精密吸取乳糖酸红霉素对照品溶液 2.0ml 若干份,分别置于 10ml 量瓶中,加入硫酸(750→1000)4ml,用磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,分别放置不同时间,在 $490 \pm 1\text{nm}$ 波长处测定谷-零吸收值,结果表明,显色反应在 1h 内即可完成,将显色后的溶液延长放置时间,每隔 1h 测定一次,5h 内测定的谷-零吸收值的 RSD 为 0.14%。

2.3 标准曲线的绘制

精密吸取乳糖酸红霉素对照品溶液 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0 和 10.0ml 分别置于 25ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,再依次精密吸取稀释液 2.0ml,分别置于 10ml 量瓶中,加入硫酸(750→1000)4ml,摇匀,静置显色 1h,再用磷酸盐缓冲液稀释至刻度,以磷酸盐缓冲液作空白,依法绘制一阶导数光谱,在 $490 \pm 1\text{nm}$ 波长处测定谷-零吸收值,得回归方程为: $c = 331.1205D - 9.0630$, $r = 0.9996$ ($n = 6$)。

结果表明,乳糖酸红霉素浓度在 $40 \sim 120\mu\text{g/ml}$ 范围内,谷-零吸收值与浓度 c 呈良好的线性关系。

2.4 回收率试验

按处方比例配制模拟溶液,精密称取乳糖酸红霉

素约 38, 30 和 21mg, 分别置于 100ml 量瓶中,依处方比例分别加入其它成分,用磷酸盐缓冲液溶解稀释至刻度,摇匀,用滤纸过滤,弃初滤液,精密量取续滤液 2.0ml,置于 10ml 量瓶中,按标准曲线的绘制项下自“加入硫酸……”起进行同样操作。用加样回收率试验法,分别绘制一阶导数光谱,测定谷-零吸收值,将数据代入回归方程中计算回收率,结果平均回收率为 100.6%, $RSD = 3.12\%$ 。

2.5 样品测定

取不同批次的复方红甲凝胶约 3.0g,精密称定,按回收率试验项下自“用磷酸盐缓冲液稀释……”起进行同样操作,测定其在 $490 \pm 1\text{nm}$ 波长处的谷-零吸收值,代入回归方程中求出浓度,并计算出样品乳糖酸红霉素相当标示量的百分含量,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果($n = 5$)

批次	标示量(%)	RSD(%)
1	96.20	0.316
2	97.71	0.401
3	96.50	0.420

3 讨论

应用一阶导数光谱法测定复方红甲凝胶中乳糖酸红霉素的含量,操作简单,快速,结果准确,重现性,可用于该制剂的质量控制。

参考文献

- 1 中国药典.二部.1995:406
- 2 付燕芳,张玉良,等.红霉素溶出测定方法.药物分析杂志,1994,(3):39