

硫酸呈色-分光光度法测定红霉素片的溶出度

傅燕芳

(西安市药品检验所, 西安 710054)

摘要 对硫酸呈色-分光光度法测定红霉素片溶出度含量进行了研究。结果表明, 呈色液色泽的深浅, 可从分光光度计 490 nm 波长处测定的吸收度, 反映出溶出药含量之变化, 符合 Beer 定律。线性范围为 30~124 u/ml, $y = 0.3829 + 0.0329x$, $r = 0.9999$, $P < 0.01$, 回收率 RSD 为 99.4% ± 0.044%。与已报道的其它方法相比, 本法具有无需萃取、不受辅料干扰、操作简便以及重现性好等优点。

关键词 红霉素片; 硫酸呈色; 溶出度; 含量测定

红霉素片是常用的广谱抗生素制剂, 由于剂型、处方及生产工艺等因素, 临床吸收很不规则。为了确保药品安全有效, 红霉素片质量标准需增订溶出度测定一项。鉴于文献法^[1,2]以及(93)卫典办字第 074 号文法(微生物法)测试溶出量的操作繁琐, 不够理想, 我们采用硫酸呈色-分光光度法对红霉素片进行了测试。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

RC-3B 型溶出度仪(天津大学无线电厂); PE554 型分光光度计(美国 PERKIN-ELMER 公司); 721 型分光光度计(上海第三分析仪器厂)。

红霉素片 12.5 万单位/片(西安药厂); 红霉素标准品(中国药品生物制品检定所); 试药 AR、CR(西安化学试剂厂)。

1.2 测定方法

按文献^[3]法, 取样品 6 片, 每溶出池中放入 1 片, 各加入盐酸溶液(9→1000), 转速(100±1)r/min, 经 2 h, 检查确认无穿孔、裂缝、崩解或软化现象。弃去盐酸液, 代以磷酸盐缓冲液(人工肠液, pH6.8)。经 45 min, 取

溶液适量(必要时可补加介质适量), 滤过, 量取续滤液, 以人工肠液稀释至每 1 ml 含红霉素 55 单位(u), 作为供试品。另精密量取红霉素标准品溶液, 以人工肠液稀释至每 ml 含红霉素 55 单位(u), 作为标准品。然后分别精密量取上述两种溶液各 5 ml, 分别置于试管中, 加入硫酸溶液(75→100)5 ml, 混匀, 自然冷却 30~40 min。在 490 nm 处测定吸收度。按两者吸收度的比值计算每片的溶出量。

2 结果与讨论

2.1 呈色剂浓度的选择

硫酸(呈色剂)浓度测试结果表明, 当浓度为(75→100)时出现最佳反应。

2.2 呈色反应温度对吸收度的影响

供试品加硫酸混匀, 分成两部分。一部分置于 50~60℃ 水浴中, 保温 30 min, 速冷至室温。另部分于室温条件放置 30~40 min。然后分别在 490 nm 处测吸收度, 结果(n=4)无显著差异($P > 0.05$)。

2.3 稳定性试验

将供试品制得的呈色液室温放置, 分别于 1, 2, 3, 4, 5 h 测定吸收度。结果平均含量(n=6)为 100.3% ± 0.045% ($P > 0.05$)。

收稿日期 1993-08-04 1995 版中华人民共和国药典列题研究项目

2.4 线性试验

操作同 2.3。剂间比例 1 : 0.7, 线性范围为 30~124 μ/ml, 回归方程为 $y = 0.3829 + 0.0329x, r = 0.9999, P < 0.01$ 。

2.5 回收率试验

将标准品按处方配制, 稀释成 5 个不同浓度溶液, 操作同上。平均回收率为 99.4% ± 0.044%。

2.6 辅料干扰试验

将处方中辅料成分逐个进行硫酸呈色反应试验, 结果均为负反应。可见辅料无干扰。

2.7 三种方法比较

硫酸呈色-分光光度法与文献^[1,2]法三者测定结果比较见表 1。表 1 表明, 硫酸呈色-分光光度法测定的结果差异最小。该法测定红霉素片溶出度较文献法简便快速, 重现性好, 不必使用有毒试剂。

Tab 1. Sample dissolutions (%) by using three different methods

Sample	Dissolved, %		
	This method	Literature method ^[2]	USP method
1	69.8	68.9	70.8
2	90.7	89.3	98.7
3	92.9	88.0	98.1
4	91.9	79.5	110.2
5	100.0	83.1	114.8
6	79.6	66.0	79.1
\bar{x}	88.3	79.1	94.5
CV, %	5.0	11.0	9.0

致谢 西安制药厂张玉良工程师参与部分实验工作。

参 考 文 献

- 1 USP XXII, 521
- 2 周森麟, 沈刚, 钟鸿复. 红霉素肠溶片剂的体外溶出和体内吸收比较. 中国医药工业杂志, 1989, 20(11): 504
- 3 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典: 二部. 北京: 人民卫生出版社, 化学工业出版社, 1990, 380~383

Determination of Erythromycin Content in Intestinal Juice Using Color Development Reaction-Spectrophotometry

Fu Yanfang

Xian Institute for Drug Control, 710054

A method for quantitative analysis of erythromycin tablet dissolved in simulated intestinal juice was described. In the experiment, the sample extraction could be omitted, so the filtered portion of the solution under test could be treated directly with concentrated sulfuric acid to develop the color and detected the wavelength of absorbance at 490 nm. The proposed method is simple and rapid, and its result is accurate and reproducible.

Key words Erythromycin tablet; Color development reaction; Sulfuric acid; Dissolution; Quantitative analysis; Spectrophotometry