

## 六、样品测定

精密称取防裂霜样品适量, 分别置100 ml棕色量瓶中, 用无水乙醇溶解并稀释至刻度, 余下按操作准备项下“4”依法操作, 得澄清液, 按标准曲线项下方法测定其吸收度值计算 $\Delta A$ 值。由 $\Delta A$ 值代入回归方程式, 求得维生素E的含量, 结果见表5所示,

表5 样品中VE的含量测定(n=3)

批号	标示量 ( $\mu\text{g/l}$ )	实测量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	相当于标示量 (%)
930215	80.198	82.991	103.48
930308	102.651	101.656	99.03
930316	75.527	77.435	102.53
930325	100.136	100.869	100.73

## 七、讨论

1. 中国药典85年版, 90年版(2部)均用气相色谱法测定维生素E的含量, 但对霜剂

中维生素E的含量测定未收载, 即使用气相色谱法, 也得需要进行预处理, 且需用特殊试剂, 操作繁琐、费时, 本文应用三波长法、操作简便、易行、数据可靠、结果满意。

2. 实验证明取样量在0.3至0.5g之间, 稀释在100ml内, 经上法处理, 可得澄清液。差超过0.5g, 就不易得到澄清液, 即使过滤澄清、放置数小时仍有沉淀析出。

3. 实验结果表明, 维生素E的浓度在39.968~119.904 $\mu\text{g/ml}$ 范围内, 浓度与 $\Delta A$ 值线性关系良好, 符合比尔定律。

## 参考文献

- [1] 中国药典. 1977年版. 二部. 1977. 579
- [2] 中国药典. 1985年版. 二部. 1985. 500
- [3] 中国药典. 1990年版. 二部. 1990. 648
- [4] 高等医药院校教材. 药物分析. 第二版. 人民卫生出版社, 1986. 319

## 旋光法测定注射用哌拉西林钠的含量

浙江省武警总队医院药局(嘉兴 314000) 茅志安 方鹏飞

**摘要** 根据哌拉西林钠有旋光性的特点, 笔者用旋光法测定注射用哌拉西林钠的含量, 方法简便、快速, 平均回收率为100.2%, 相对标准差为.56%, 与碘量法比较结果没有显著差异 ( $P > 0.05$ )。

**关键词** 旋光法 注射用哌拉西林钠

注射用哌拉西林钠的含量测定, 中国药典90年版采用高效液相法, 结果可靠准确, 但测定条件要求高, 不适合于药厂生产中中间品的控制, 而剩余碘量法<sup>[1]</sup>操作较繁琐。我们根据注射用哌拉西林钠有旋光性的特点(比旋度 $170 \sim 190^\circ$ )<sup>[2]</sup>, 利用旋光法测定注射用哌拉西林钠的含量, 方法简便、速度快,

结果满意。

### 一、仪器和试剂

1. WZZ-1型自动指示旋光仪(上海光学仪器修理厂)。
2. 哌拉西林钠(注射用, 含量大于99.0%\*上海第三制药厂)。
3. 注射用哌拉西林钠针(上海第三制药厂, 福建省三明制药厂)。

\*利用剩余碘量法测定

### 二、测定方法

1. 标准曲线的绘制 精密称取 $105^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的哌拉西林钠(含量大于99.0%)一

定量,用蒸馏水配成浓度为4~20mg/ml的一组溶液,测其旋光度,结果见表1,得回归方程: $\alpha = 0.0079 + 0.3467C$ ,  $r = 0.9999$ 。结果

表明,哌拉西林钠在4~20mg/ml范围内,浓度与旋光度呈线性关系。

表1 浓度和旋光度的测定结果

浓度和对应旋光度值								
浓度(mg/ml)	4.259	6.388	8.517	10.647	12.776	14.905	17.035	19.164
旋光度	1.490	2.240	2.950	3.680	4.450	5.170	5.885	2.685

2. 稳定性试验 取1中的溶液,进行如下实验:

放置时间对旋光度的影响。每隔1h测一次旋光度,结果在4h内基本没有变化。

温度对旋光度的影响。在不同温度(15

~35℃)范围内测定,结果表明,在此温度范围内,温度对测定结果基本没有影响。

3. 回收率试验 精密称取哌拉西林钠适量,加蒸馏水配成约10mg/ml浓度的溶液,按法测其旋光度,计算,结果见表2。

表2 回收率实验

编号	投入量(mg/ml)	测得量(mg/ml)	回收率(%)	$\bar{X} \pm CV\%$
1	12.5212	12.6032	100.7	
2	11.4628	11.4497	99.9	100.23
3	9.5594	9.6241	100.7	$\pm 0.56\%$
4	11.4198	11.3689	99.6	

表3 碘量法与本法测定结果的比较

批号	标示量(%)		差值(%)
	旋光法 <sup>1</sup>	碘量法 <sup>2</sup>	
930404-1	114.75	114.71	+0.04
930404-2	110.37	110.19	+0.18
930312-1	109.94	109.34	+0.60
930312-2	102.68	102.50	+0.18
930218 <sup>3</sup>	110.81	109.59	+1.22

1. 3次测定均值 2. 2次测定均值 3. 福建三明制药厂生产

### 三、结论

实验证明:旋光法测定注射用哌拉西林钠的含量与碘量法相比较,结果没有显著差异( $P > 0.05$ )见表3。由于旋光法具有操作简便,快速、结果可靠等优点,故适用于药厂对该产品中间体的质量控制和快速分析使用。

### 参考文献

- [1] 安登魁主编. 药物分析. 第二版. 北京:人民卫生出版社,1987.217
- [2] 中国药典. 1190年版. 二部. 1990. 355