

紫外分光光度法测定达那唑栓剂的含量

谷根妹 樊效琪

(上海医科大学妇产科医院药剂科 上海 200011)

摘要 本文报道用紫外分光光度法在 285nm 波长处测定达那唑栓剂中达那唑的含量。该方法平均回收率和 RSD 分别为 99.8% 和 0.62%。结果表明紫外分光光度法可用于达那唑栓剂中的达那唑含量测定。

关键词 达那唑; 栓剂; 紫外分光光度法

Determination of danazol in suppository by ultraviolet spectrophotometry

Gu Genmei, Fan Xiaoqi

(Department of Pharmacy, Hospital of Obstetrics and Gynecology,

Shanghai Medical University, Shanghai 200011)

ABSTRACT The article reported ultraviolet spectrophotometry method for quantitative determination of Danazol in suppository. In this method the average recovery and RSD is 99.8% and 0.62%, respectively. The result indicated that ultraviolet spectrophotometry can apply to quantitative determination of Danazol in suppository.

KEY WORDS Danazol Suppository, ultraviolet spectrophotometry

达那唑是治疗子宫内膜异位症的首选药物,国内有胶囊剂生产,其含量测定采用分光光度法。由于口服有产生肝功异常副作用,在临床医生要求下我们试制了达那唑栓剂,肛塞或阴道用药,规格定为 400mg/粒。对栓剂的含量测定,我们亦试用紫外分光光度法 285nm 波长处测定达那唑含量获得满意效果。

一、仪器和试剂

751-G₁ 型分光光度计,上海分析仪器厂;

达那唑原料对照品,江苏扬州制药厂提

供;

聚乙二醇-400 与聚乙二醇-4000,分析纯,上海振东化工厂;无水乙醇,分析纯,上海试剂一厂。

二、实验方法和结果

(一)对照品溶液的制备 取 105℃ 干燥至恒重的达那唑对照品 0.25g (精密称定)置 100 量瓶中,加无水乙醇溶解,并加至刻度摇匀,得浓度为 2500μg/ml 标准贮备液。

(二)供试品溶液的制备 取供试品 5 粒,精密称定,置水浴上加热融化,搅拌切成细粒,精密称定适量(约含达那唑 30mg)置

100ml 量瓶中加乙醇适量,在水浴上加热溶解,放置室温,加乙醇至刻度,混匀,用干燥滤器过滤,弃去初滤液,取续滤液使用。

(三) 基质溶液的制备 精密称取 PGE-400 和 PEG-4000 适量(约相当 1 粒栓剂所含基质量)置 100ml 量瓶中,照供试品溶液制备方法制备即得。

(四) 基质溶液吸收值的测定 精密称定 PEG-400 和 PEG-4000 约 1 粒栓剂所含基质量置 100ml 量瓶中,按供试品溶液制备同法操作,以无水乙醇为空白,在 285nm 波长

处测定吸收值。5 份的平均值为 0.003 ± 0.013 ,

(五) 线性考察 取达那唑对照品,依法配成 $5 \sim 25 \mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度系列溶液在 285 nm 波长处测得吸收值,将数据进行回归处理,其回归方程为 $A = 0.0395C - 0.096$, $r = 0.9999$ 。说明该浓度范围吸收值与浓度呈良好线性关系。

(六) 稳定性试验 取 $15 \mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度的该溶液,配制后放置 1, 2, 4, 8, 12, 24h 分别在 285nm 波长处测定吸收值,见表 1。

表 1 达那唑稳定性实验结果

放置时间(h)	0	1	2	4	8	12	24
吸收值(A)	0.4950	0.4950	0.4952	0.4950	0.4951	0.4949	0.4953

表 2 不同浓度达那唑的回收率实验(n=3)

编号	浓度(mg/ml)	测得值(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	5	4.96	99.20		
2	10	9.50	99.50		
3	15	15	100.00	99.88	0.65
4	20	20.18	100.90		
5	25	24.95	99.80		

三、回收率测定

按处方比例精密称定 1 粒剂量的达那唑和空白基质,按供试品溶液制备方法制备,精密量取含达那唑 $5 \mu\text{g}/\text{ml}$, $10 \mu\text{g}/\text{ml}$, $15 \mu\text{g}/\text{ml}$, $20 \mu\text{g}/\text{ml}$, $25 \mu\text{g}/\text{ml}$ 5 种浓度溶液,分别在波长 285nm 处测吸收值,按回归方程计算含量,结果见表 2。

四、达那唑栓剂样品测定

取本品 5 粒,精密称定,求出平均粒重后,微温使其融化混匀,冷凝后,切成细粒。精密称定适量(相当于达那唑 30mg)。按供试品溶液制备同法操作,以无水乙醇为空白,在 285nm 波长处测定吸收值,按 $\text{C}_{22}\text{H}_{27}\text{NO}_2$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 338 计算,结果见表 3。

五、讨论

表 3 达那唑栓剂含量测定结果(n=3)

批号	标示百分含量(%)	RSD(%)
940202	97.25	0.3
940408	98.43	0.41
940616	100.14	0.16

(一) 达那唑栓剂的浓度在 $5 \sim 25 \mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内与吸收值线性关系良好,符合比尔定律,并能得到较好的回收率,适用于医院药剂科对该制剂的质量控制。

(二) 通过对基质溶液吸收值的测定,说明基质溶液在 285nm 波长处的吸收度虽然很低,但有一定影响。为了消除基质的干扰,在沉淀和分离基质过程中要避免出现乳浊现

象, 冷藏时间要充分, 否则难以过滤净, 致使测定值偏高。

参考文献

[1] 中国药典, 1990 版, 二部, 175

[2] 江焕波等. 中国医院制剂规范, 第二版, 天津科技翻译出版公司, 1989: 116

[3] 杨光等. 紫外分光光度法测定的双氯灭痛栓剂的含量. 中国医院药学杂志, 1991; 11(6): 259

微生物法和荧光偏振免疫法测定丁胺卡那霉素血药浓度的相关性

赵爱国 顾超宁* 徐美娟** 胡宁***

(解放军第 150 医院药剂科 洛阳 471031)

摘要 5 例健康受试者肌内注射硫酸丁胺卡那霉素 (4mg/Kg), 104 份血清样品分别经微生物法和荧光偏振免疫法测定丁胺卡那霉素血清药物浓度, 结果表明荧光偏振免疫法测定结果显著高于微生物法的测定结果 ($P < 0.01$)。两组结果间具有良好的相关性, 线性方程为: $Y = 1.7755 + 0.9497X$ ($r = 0.9968$)。但微生物法在较低浓度时测定误差较大, 精密性比荧光偏振免疫测定法低。本实验结果提示采用该两种方法均可对丁胺卡那霉素进行血药浓度监测。

关键词 微生物法; 荧光偏振免疫法; 丁胺卡那霉素; 相关性

Comparative serum levels of AMIRACIN determined by microbiological and fluorescence polarization immunoassay methods

Zhao Aiguo, Gu Chaoning, Xu Meijuan, Hu Ning

(Department of pharmacy, 150 hospital, Luoyang 471031)

ABSTRACT Serum levels of amikacin in 15 cases of healthy adult volunteers after intramuscular administration were determined by microbiological method (BA) and fluorescence polarization immunoassay method (FPIA). The result of all 104 serum samples showed that the serum levels of amikacin determined by FPIA method were significantly higher than those determined by the BA method ($P < 0.01$) the linear relation between these two groups was as follow: $Y = 1.7755 + 0.9497X$ ($r = 0.9968$). It suggested that monitoring the serum level of amikacin by the two methods had no difference.

KEY WORDS amikacin, microbiological method, fluorescence Polarization immunoassay method, linear relation

硫酸丁胺卡那霉素 (amikacin sulfate AMK) 是一种抗菌谱较广的半合成氨基糖甙类抗生素, 是临床上用来治疗 G 杆菌感染的

首选药物之一⁽¹⁾。因其使用不当可能导致一定程度的耳、肾功能损害, 所以应在加强血药浓度监测的条件下使用。测定 AMK 血药浓度的常用方法有微生物法 (microbiological method BA)⁽²⁾ 和荧光偏振免疫法 (fluorescence polarization immunoassay

* 第二军医大学长征医院药械科

** 海军药学研究中心

*** 兰州军区后勤部药品检定所