

文章编号:1007-9432(2013)05-0557-03

利用荷移反应分光光度法测定苯唑西林钠

秦海峰, 宋健玲

(太原理工大学 化学化工学院, 太原 030024)

摘 要:以丙酮溶液为溶剂,利用苯唑西林钠与对硝基酚发生荷移反应,建立了测定苯唑西林钠含量的一种新方法。苯唑西林钠与对硝基酚发生荷移反应后生成稳定的1:1络合物,该络合物最大吸收波长为401.4 nm,线性范围10~80 $\mu\text{g/mL}$,表观摩尔吸光系数 $\varepsilon = 2.22 \times 10^3 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。苯唑西林钠回收率(质量分数)在98.35%~100.20%范围内,相对标准偏差 $\leq 2.71\%$ 。该方法简便、快速,可用于测定药物制剂中苯唑西林钠的含量。

关键词:分光光度法;荷移反应;苯唑西林钠;对硝基酚

中图分类号:O657.32

文献标识码:A

苯唑西林钠(oxacillin sodium)属半合成青霉素类抗生素,其抗菌作用方式与青霉素相似,对耐青霉素G的金黄色葡萄球菌具有杀菌作用。临床主要用于治疗敏感菌所致的各种感染,如肺炎、败血症、乳腺炎、烧伤创面感染、化脓性脑膜炎、骨髓炎、扁桃体炎、蜂窝组织炎及脓皮病等。目前关于苯唑西林钠的分析方法主要有高效液相色谱法^[1-3]、分光光度法^[4-5]、化学发光法^[6]和电位滴定法^[7]等。由于药物分子中所含的能够给予电子的基团能与电子受体对硝基酚发生荷移反应^[8]。笔者利用对硝基酚作为配体与苯唑西林钠反应形成荷移络合物,以此测定苯唑西林钠含量。本文研究了苯唑西林钠与对硝基酚形成荷移络合物的反应条件,探讨了反应机理。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

仪器:UV-265紫外可见分光光度计(日本岛津公司);HH-S型恒温水浴锅(河南巩义市英峪予华仪器厂)。

试剂: $3 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ 对硝基酚乙醇溶液(上海恒远生物科技有限公司);500 $\mu\text{g/mL}$ 苯唑西林钠乙醇标准溶液(中国药品生物制品检定所);注射用苯唑西林钠(上海新先锋药业有限公司);苯唑西林钠

胶囊(朗致集团博康药业有限公司)。所用试剂均为分析纯,实验用水为二次去离子水。

1.2 实验方法

准确吸取一定量的500 $\mu\text{g/mL}$ 苯唑西林钠乙醇标准溶液于10 mL容量瓶中,加入 $3 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ 对硝基酚溶液2.5 mL,用丙酮稀释至刻度。摇匀后在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 放置10 min,用1 cm的比色池以试剂空白为参比,于波长401.4 nm处测定其吸光度。

2 结果和讨论

2.1 吸收光谱

按照实验方法配制溶液,于分光光度计上扫描,所绘制吸收光谱见图1。对硝基酚试剂的吸收波长 $\lambda_{\text{max}} = 325.0 \text{ nm}$,苯唑西林钠吸收波长 $\lambda_{\text{max}} = 339.0 \text{ nm}$ 。在苯唑西林钠溶液中加入对硝基酚溶液后,在401.4 nm处出现一新的吸收峰,表明有新物质生成,且吸光度值与浓度在一定范围内呈良好的线性关系。本实验以络合物最大吸收波长401.4 nm作为测定波长,同时以试剂空白为参比,测定溶液的吸光度值。

2.2 溶剂的选择

选用水、乙醇、甲醇、丙酮、乙腈、二甲基亚砜等不同的溶剂按照实验方法配制溶液,分别测量其吸光度。结果表明,苯唑西林钠与对硝基酚在丙酮溶剂中

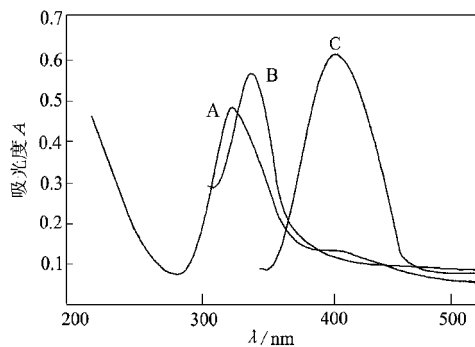
* 收稿日期:2013-01-09

基金项目:国家自然科学基金资助项目(30472125)

作者简介:秦海峰(1978-),女,山西绛县人,硕士,讲师,主要从事络合物化学和光谱分析研究,(Tel)15110378850,

(E-mail) qhf_519@163.com

通讯联系人:宋健玲,女,高级实验师,(Tel)13546418526



A—对硝基酚; B—苯唑西林钠; C—络合物

图1 吸收光谱

的吸光度值最大,故本实验选择丙酮作为反应溶剂。

2.3 反应温度与反应时间的影响

按照实验方法进行实验,改变反应的温度和时间,测量其吸光度。结果表明,苯唑西林钠与对硝基酚生成的络合物在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下 5 ~ 80 min 时其吸光度达到最大值并趋于恒定。本实验选择反应时间为 10 min。

2.4 对硝基酚试剂用量的影响

按照实验方法进行实验,改变对硝基酚试剂用量。结果表明,苯唑西林钠与对硝基酚反应时,浓度为 $3 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ 对硝基酚试剂用量在 2.4 ~ 5.0 mL 范围内吸光度达到最大值并趋于恒定。本实验选用对硝基酚试剂用量为 2.5 mL,见图2。

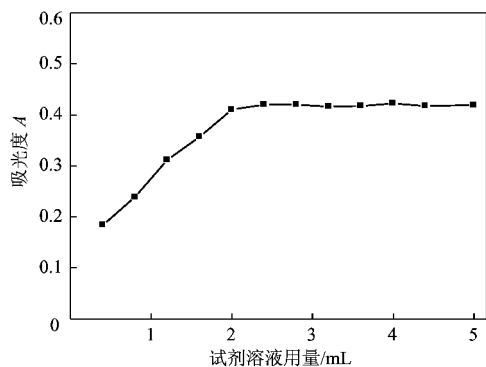


图2 对硝基酚试剂用量的影响

2.5 标准曲线及灵敏度

分别取 0.2, 0.4, 0.6, 1.0, 1.6 mL 的 $500 \mu\text{g/mL}$ 苯唑西林钠标准溶液,按照实验方法配制溶液,在 401.4 nm 处测量其吸光度,并绘制标准曲线,见图3。苯唑西林钠含量在 10 ~ $80 \mu\text{g/mL}$ 符合比尔定律,相关系数为 $r = 0.9998$,线性方程 $A = 0.00201 + 0.00496\rho$,表观摩尔吸光系数 $\varepsilon = 2.22 \times 10^3 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。

2.6 络合物组成及反应机理探讨

用等摩尔连续变化法测得苯唑西林钠与对硝基酚形成络合物的组成为 1:1,见图4。在苯唑西林钠分子中含有电子给予体的基团存在^[7-8],而对硝

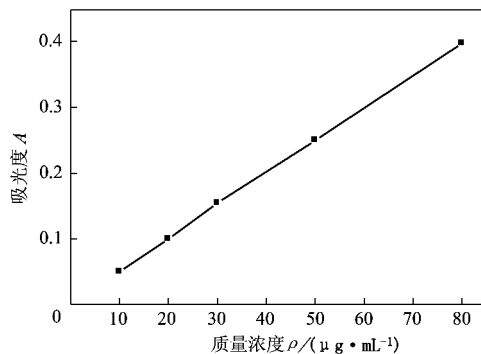
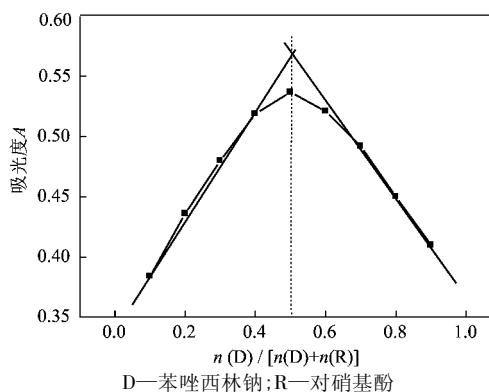


图3 标准曲线

基酚是一个良好的电子接受体^[9],在丙酮溶液中苯唑西林钠与对硝基酚可生成稳定的荷移络合物。实验测得在波长 401.4 nm 处有一强的特征吸收峰,与原来药物吸收峰相比有明显红移,证明生成了荷移络合物。



D—苯唑西林钠; R—对硝基酚

图4 等摩尔连续变化法测定络合物组成比

2.7 干扰物质实验

在实验的最佳条件下考察了其他物质对苯唑西林钠测定的干扰情况。结果表明,当相对误差在 $\pm 5\%$ 时,800 倍量的乳糖或淀粉,400 倍量的蔗糖或葡萄糖,250 倍量的硬脂酸镁和 100 倍量的果糖等共存物质均不干扰测定。

3 样品分析

3.1 试样溶液制备

分别取苯唑西林钠胶囊 20 粒(苯唑西林钠 250 mg/粒),将胶囊中药剂倒出混匀,准确称取含有苯唑西林钠的药粉 1/50 (约含苯唑西林钠 100 mg),用适量水配成溶液,过滤,弃去残渣,并将溶液置于 200 mL 容量瓶中,用水洗涤,除去不溶物,用水稀释至刻度(质量浓度约为 $500 \mu\text{g/mL}$),摇匀备用。

取注射用苯唑西林钠 1 支(苯唑西林钠 500 mg/支),准确称取苯唑西林钠药粉 100 mg,用适量水溶解,置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度(质量浓度约为 $500 \mu\text{g/mL}$),摇匀备用。

3.2 样品含量的测定

精密量取上述样品制备溶液 1.00 mL 于 10 mL 的容量瓶中,按实验方法进行测定。代入线性方程计算每枚药物中苯唑西林钠的平均含量,结果见表 1。

3.3 方法的回收率和精密度

精密量取经多次测定已知含量的同一批苯唑西

林钠适量样品制备溶液,分别加入不同量苯唑西林钠标准溶液。按实验方法测量其吸光度,平行测定 5 次,按标准加入法测得回收率为 98.35% ~ 100.2%,相对标准偏差 $\leq 2.71\%$,结果见表 1。

4 结论

该方法利用对硝基酚试剂作为电子接受体与电

表 1 样品测定结果及回收率 ($n=5$)

样品	标示量 粒(支)/mg	测定值 粒支/mg	相当标 示量/%	样品量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	标准加入量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	测得总量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	回收量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	回收率 /%	RSD /%
胶囊	250	244.0	97.60	19.52	20.00	39.23	19.71	98.55	2.71
胶囊	250	244.0	97.60	19.52	40.00	59.24	39.72	99.30	2.28
胶囊	250	244.0	97.60	19.52	60.00	79.65	60.13	100.2	1.43
针剂	500	496.1	99.22	19.84	20.00	39.51	19.67	98.35	1.95
针剂	500	496.1	99.22	19.84	40.00	59.65	39.81	99.51	1.39
针剂	500	496.1	99.22	19.84	60.00	79.76	59.92	99.87	1.78

注:胶囊为苯唑西林钠胶囊,由朗致集团博康药业有限公司生产,标示量为 0.25g/粒;
针剂为注射用苯唑西林钠,由上海新先锋药业有限公司生产,标示量为 0.5g/支。

子给予体苯唑西林钠反应,在室温下形成稳定的 1:1 荷移络合物,并在波长 401.4 nm 处出现较强的络合物特征吸收峰,证明生成了荷移络合物,与原来药物吸收峰相比有明显红移。经对实验条件进行优化,苯唑西林钠含量在 10 ~ 80 $\mu\text{g/mL}$ 符合比尔定律,同

时对市售样品苯唑西林钠针剂和胶囊进行了测定及回收率实验。回收率为 98.35% ~ 100.20%,相对标准偏差 $\leq 2.71\%$ 。该方法简便快速,为定量测定苯唑西林钠制剂提供了一种新方法。

参考文献:

- [1] 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) [S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:441-443.
- [2] Samanidou Victoria F, Evaggelopoulou Evaggelia N, Papadoyannis Ioannis N. Development of a validated HPLC method for the determination of four penicillin antibiotics in pharmaceuticals and human biological fluids [J]. Journal of Separation Science, 2006, 29 (11):1550-1560.
- [3] 吴琦琦,刘雁鸣,倪孟祥. 反相高效液相色谱法测定注射用苯唑西林钠有关物质 [J]. 中南药学, 2011, 9 (3):203-205.
- [4] 庞向东,邓钦心,吴言兵,等. 玫瑰精 B 光度法测定苯唑西林的含量 [J]. 分析科学学报,2011, 27 (3):406-408.
- [5] Gujral Rajinder Singh, Haque Sk Manirul, Shanker Prem, A novel spectrophotometric method for the determination oxacillin sodium [J]. International Journal of Biomedical Science, 2009, 5 (4):373-379.
- [6] 石文兵. KMnO_4 -鲁米诺体系测定苯唑西林钠 [J]. 分析试验室, 2009, 28 (6):39-42.
- [7] 刘炜,杜增辉,张筱红,张菁,常俊山. 硫酸亚汞电极的研制与电位滴定法分析测定青霉素类抗生素 [J]. 药品质量及检验, 2002, 37 (4):294-298.
- [8] Askal Hassan F, Saleh, Gamal A, Omar Nabil M. Utility of certain π -acceptors for the spectrophotometric determination of some penicillins [J]. Analyst, 1991, 116 (4):387-390.
- [9] Magda Y El-Mamli. Spectrophotometric determination of flucloxacillin in pharmaceutical preparations using some nitrophenols as a complexing agent [J]. Spectrochimica Acta Part A, 2003, 59:771-776.

(下转第 578 页)

The Influence of La addition on The Corrosion Resistance of AZ91 Magnesium Alloy

ZHOU Jing^a, FENG Zhiyong^a, ZHANG Jinling^{a,b}, WANG Shebin^{a,b}

(*a. College of Materials Science and Engineering;*

b. Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials, Ministry of Education, TUT, Taiyuan 030024, China)

Abstract: The corrosion behavior of AZ91 + 0 ~ 0.65% (mass fraction) La magnesium alloy in 3.5% NaCl solution was studied by the static weightlessness experiments and potentiation dynamic polarization. The effects of La on the corrosion rate, corrosion potential and corrosion current of AZ91 magnesium alloy were characterized by scanning electronic microscopy (SEM), energy-dispersive spectroscopy (EDS), X-ray diffractometry (XRD) and the mechanism was explored. It was found that the corrosion rate decreased obviously as the La increased in AZ91 magnesium alloy in the static weightlessness experiments; the addition of La could improve the corrosion potential and decrease the corrosion current of AZ91 magnesium alloy in the electrochemical measurements. When the mass fraction of La was 0.16%, the corrosion rate of AZ91 magnesium alloy decreased from 8 mg/(cm² · d) to 2 mg/(cm² · d), the corrosion current decreased from 0.527 mA to 0.014 mA, and the corrosion potential rised from -1.400 V to -1.328 V. The mechanism that La improved corrosion resistance of AZ91 magnesium alloy was that the addition of La refined the grain, transformed the morphology of β phase and improved the segregation of Al element. So the purity of the alloy and the electrode potential of substrate were improved and the corrosion resistance of AZ91 magnesium alloy was also improved.

Key words: rare earth element La; AZ91 magnesium alloy; corrosion rate; electrode potential

(编辑: 庞富祥)

(上接第 559 页)

Spectrophotometric Determination of Oxacillin Sodium by Charge-Transfer Reaction

QIN Haifeng, SONG Jianling

(*College of Chemistry and Chemical Engineering, TUT, Taiyuan 030024, China)*

Abstract: A new spectrophotometric method has been developed for the determination of oxacillin sodium. It is based on a reaction of charge transfer with p-nitrophenol in acetone medium. The composition of complex of oxacillin sodium and p-nitrophenol was 1: 1. The calibration curves are linear in the concentration range of 10 ~ 80 $\mu\text{g/mL}$. The complex maximum absorption was at 401.4 nm. The apparent molar absorptivity of the complex was $\varepsilon = 2.22 \times 10^3 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. The recovery is 98.35% ~ 100.2% and the relative standard deviation is $\leq 2.71\%$. The proposed method has been applied in the determination of Oxacillin sodium for injection and capsules form with satisfactory results.

Key words: spectrophotometry; charge transfer reaction; oxacillin sodium; p-nitrophenol

(编辑: 张红霞)