

# 紫外分光光度法测定丙硫异烟胺片中丙硫异烟胺的含量 Analysis of Prothionamide Content in Prothionamide Tablets by UV Spectrophotometry

刘伟林

LIU Wei-lin

(广西食品药品检验所, 广西南宁 530021)

(Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning, Guangxi, 530021, China)

**摘要:** 采用紫外分光光度法测定丙硫异烟胺片中丙硫异烟胺的含量。结果显示, 样品在 291nm 处吸收最佳, 在 5~25 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的浓度范围内与吸收度呈良好线性关系, 平均回收率为 99.8% ( $n = 6$ ),  $RSD = 0.32\%$ 。该方法简便、快速, 具有较好的重现性和稳定性与药典中方法测定结果基本一致, 可以用于丙硫异烟胺片的定量分析及其生产过程中的质量控制。

**关键词:** 紫外分光光度法 丙硫异烟胺 含量测定

中图分类号: O657.32.R917 文献标识码: A 文章编号: 1002-7378(2010)03-0280-02

**Abstract:** The prothionamide content in prothionamide tablets was assayed by UV spectrophotometry. The results showed that the max absorption wavelength was 291nm. The absorption was linearly in proportion to prothionamide concentration within the range of 5~25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ . The average recovery was 99.80% ( $n = 6$ ),  $RSD$  was 0.32%. The method is simple, rapid, obtained from reproducible and stable. The detection results are consistent with that obtained from China Pharmacopoeia. Therefore, this method could be applied to quantitative analysis and quality control.

**Key words:** UV spectrophotometry, prothionamide, content determination

丙硫异烟胺为异烟酸衍生物, 在临床上常作为二线抗结核药, 应用上与乙硫烟胺相同, 但是其胃肠道反应较轻, 患者更易接受<sup>[1]</sup>。中国药典<sup>[2]</sup>(2000年版)采用回滴定的方法测定丙硫异烟胺制剂中丙硫异烟胺的含量, 但是该方法操作繁杂。本文采用紫外分光光度法测定该制剂中丙硫异烟胺的含量, 结果令人满意。

## 1 仪器与试剂

UV-250 型紫外分光光度计(日本岛津公司生产)。丙硫异烟胺片及辅料均由桂林制药厂提供, 制剂批号分别为 080301, 080302, 080303。丙硫异烟胺片对照品由桂林制药厂提供, 含量为 99.88%。乙醇等试剂均为分析纯。

## 2 实验条件及结果

### 2.1 紫外吸收光谱条件

取丙硫异烟胺对照品, 用乙醇制成每 1ml 中含 20mg 的溶液, 以乙醇为空白, 置 1cm 吸收池, 于 200~400nm 波长范围内记录紫外吸收光谱, 结果本品在 291nm 处吸收最佳。

### 2.2 干扰试验

取制剂辅料按处方比例混和, 再按实验方法进行测定, 同样的方法记录紫外光谱, 结果表明辅料在 291nm 吸收为零。这说明辅料中的其它成份没有干扰测定。

### 2.3 标准曲线

精密称取丙硫异烟胺对照品, 用乙醇制成浓度为 5~25 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的系列标准溶液, 以乙醇为空白, 于 291nm 处测定吸收度。以吸收度 ( $Y$ ) 为纵坐标, 浓度 ( $X$ ) 为横坐标, 计算回归方程 ( $n = 5$ ) 为:  $Y =$

收稿日期: 2010-06-21

作者简介: 刘伟林(1972-), 男, 主管药师, 主要从事药物分析工作。

0.0392X - 0.005,  $r = 0.9999$ 。这表明丙硫异烟胺在 5~25 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的浓度范围内与吸收度呈良好的线性关系。

#### 2.4 稳定性及回收率试验

对 2.3 项中制成的丙硫异烟胺标准溶液分别于 0h、0.5h、1h、1.5h、2h、3h 测定,结果其吸收度不变。

模拟制剂成份分别制备 6 批样品,按实验方法分别测定丙硫异烟胺的含量,计算回收率分别为:99.70%、100.37%、99.49%、99.60%、99.69%、99.92%,平均回收率为 99.80% ( $n = 6$ ),  $RSD = 0.32\%$ 。

#### 2.5 重现性试验

取 990301 批样品 6 份按实验方法测定丙硫异烟胺含量,结果分别为:97.21%、97.42%、97.30%、97.18%、97.37%、97.24%,  $RSD = 0.1\%$ 。

#### 2.6 样品测定

取丙硫异烟胺 20 片,研细,精密称取细粉适量,加乙醇溶解成每 1ml 含丙硫异烟胺 15 $\mu\text{g}$  的溶液,滤过,取滤液于 291nm 处测定吸收度,代入回归方程计算。与药典方法<sup>[2]</sup>的比较结果见表 1。表 1 结果显示,本文方法测定结果与药典方法测定结果基本一致。

表 1 样品测定结果

批号	标示量(%)	
	本文方法	药典法
080301	97.29	97.85
080301	98.83	98.73
080303	98.08	98.16

### 3 结论

本文方法测定结果与药典方法测定结果基本一致,但是本文分析方法简便、快速,具有较好的重现性和稳定性,可以用于丙硫异烟胺片的定量分析及其生产过程中的质量控制。

#### 参考文献:

- [1] 王泽民.当代结构药物全集[M].北京:科学技术出版社,1993:245.
- [2] 中华人民共和国卫生部药典委员会.中国药典[M].2000 版二部.北京:化学工业出版社,2000.

(责任编辑:尹 闯)

## 双金属协同催化合成研究获新进展

光学活性氰醇被广泛用于合成  $\alpha$ -羟基羧酸或酯、 $\alpha$ -羟基醛、 $\alpha$ -氨基酸、 $\beta$ -氨基醇等重要生理活性化合物,在化学制药和农药合成中均有广泛应用。通过氰基化合物对醛的催化不对称加成反应是合成光学活性氰醇及其衍生物的有效方法,常用的催化剂包括生物催化剂酶和人工合成的化学催化剂。化学催化合成光学活性氰醇衍生物的优点是容易得到两种不同手性的对映异构体,尽管已经有数以百计的催化剂被报道,但存在的问题在于催化剂的效率和选择性较低、催化反应条件苛刻或者使用贵金属催化剂等,影响了其实际应用。

最近,中国科学院的科研人员,基于双金属协同催化的设计理念,巧妙地将两个 Salen-Ti 单元以适当的桥链将其集成于同一分子内,开发出了以顺式降冰片烯二羧酸桥联的高活性手性双 Salen-Ti 络合物催化剂,将催化效率提高了 1~2 个数量级,以 TMSCN 为氰化试剂时,催化剂用量可降至 5%;以廉价的氰化钠作为氰化试剂时,反应也可取得优秀结果。另外,通过精细调节桥链结构,可以优化两个 Salen-Ti 催化活性单元的空间取向,在催化过程中能够最大程度地发挥协同作用,在催化活性得到大幅提升的基础上,反应的对映选择性较使用简单 Salen-Ti 催化剂时(88%)得到明显提高,达到 97%。优化出的催化体系不仅具有很高的催化活性和优秀的对映选择性,而且具有广泛的底物适用性,一些反应产物是手性药物氯吡格雷、丙茶洛尔以及手性菊酯类农药合成的关键中间体,显示了很好的工业应用前景。

(据科学网)