

丙硫苯咪唑片含量的比色测定法

邱永军^{1*} 孙 群² 阎祖书¹ 韦芳霞¹ 刘炳琪¹

(1 西北农业大学兽药厂, 2 西北农业大学基础课部, 陕西杨陵·712100)

摘 要 驱虫兽药丙硫苯咪唑片含量的测定,《中国兽药典》(1990年出版)规定采用紫外分光光度法。本文介绍的快速比色测定法,可完全以5%乙酸溶液替代前述方法中的分析纯乙醇,能明显降低测试费用,本方法平均回收率为99.84%,变异系数为0.08%。

关键词 丙硫苯咪唑,紫外分光光度法,比色法

中图分类号 S859.2, O657.32

分光光度法,驱虫药

丙硫苯咪唑是一种广谱高效的兽用驱虫药。其片剂含量的测定,《中华人民共和国兽药典》(1990年版,一部)规定采用紫外分光光度法。本文经对比试验,建立了一种比较准确的比色测定法,即在酸性条件下,丙硫苯咪唑与高锰酸钾反应,结果使反应液由典型的高锰酸钾紫红色转变成透明的棕褐色,后者在460 nm波长处有最大光吸收。在一定浓度范围内,棕褐色生成物之吸光率与丙硫苯咪唑含量有正比关系。据此而建立的丙硫苯咪唑片含量的比色测定法,可完全以5%乙酸溶液代替紫外分光光度法中的分析纯乙醇,可在30 min内准确测定出其含量,很适合于一般兽药厂对该产品的含量测定和质量控制。

1 仪器与试剂

UV-120-2型分光光度计(日本岛津),721型分光光度计(上海第三分析仪器厂)。冰乙酸、高锰酸钾均系国产分析纯试剂,丙硫苯咪唑片由西北农业大学兽药厂生产。

2 测定方法

对照溶液的制备 精确称取丙硫苯咪唑粉(经紫外分光光度法测定其含量为91.55%)5.0 mg,加冰乙酸5.0 mL搅拌溶解后(约需5 min),移入100 mL量瓶内,加蒸馏水至刻度,摇匀(含丙硫苯咪唑0.0458 mg/mL)。

待测样品溶液的制备 取丙硫苯咪唑片10片,精确称重,研细后准确称取细粉适量(约含丙硫苯咪唑5.0 mg)加冰乙酸5.0 mL,搅拌溶解约5 min后,移入100 mL量瓶内,加蒸馏水至刻度处,充分混匀后,经双层定量滤纸过滤,弃去初滤液,收集续滤液待测(约含丙硫苯咪唑0.05 mg/mL)。

高锰酸钾溶液的制备 准确称取分析纯高锰酸钾15 mg,用蒸馏水溶解并稀释到100 mL。

5%乙酸溶液的制备 准确吸取分析纯冰乙酸5.0 mL,用蒸馏水稀释到100 mL。

收稿日期:1992-11-20

* 现在南阳理工学院工作(河南南阳,743066)

10206

测定方法 准确吸取对照溶液、待测样品溶液及 5% 乙酸溶液(空白管)各 5.0 mL 于 3 支试管中,各加高锰酸钾溶液 1.0 mL,混匀后同时置 70℃ 恒温水浴 5 min,取出冷至室温后,以空白管调“零点”,于 460 nm 波长处记录各管吸光率(A)。

3 实验条件的选择

最大吸收波长的确定 丙硫苯咪唑与高锰酸钾反应生成的透明棕褐色化合物,经 380~540 nm 波长扫描,在 460 nm 波长处有最大光吸收(见图 1)。

浓度与吸光率的关系 配制不同浓度的对照溶液,反应后经比色测定绘制标准曲线,得直线回归方程式为 $A=0.0025+1.964C$,相关系数 $r=0.9999$ 。结果表明,在本实验条件下,丙硫苯咪唑浓度在 0.048~0.190 mg/mL 范围内线性相关良好,符合比尔定律(见图 2)。

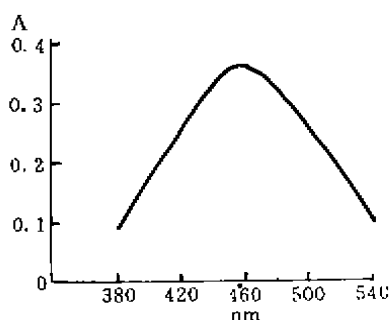


图 1 波长与光吸收曲线

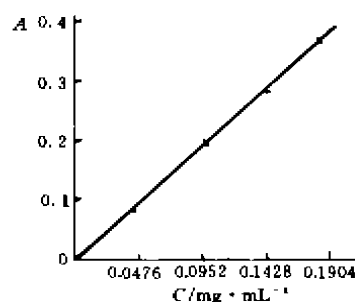


图 2 丙硫苯咪唑浓度与吸光率曲线

稳定性试验 在本实验条件下,丙硫苯咪唑与高锰酸钾反应生成的透明棕褐色化合物在 5,10,15,20 min 时的吸光率均为 0.39,25 min 的吸光率为 0.42,表明 20 min 内其吸光率稳定不变。

本法与紫外分光光度法测定结果的比较 取同一批号丙硫苯咪唑片(批号 910908),分别用本法和紫外分光光度法重复测定 5 次,两种方法的测定结果经 T 检验($T=0.2$, $P<0.05$),无显著差异(见表 1)。

表 1 两种方法测定结果的比较 mg/片

序 号	本 法	紫外分光光度法
1	46.10	46.20
2	46.17	46.10
3	46.16	46.00
4	46.11	46.30
5	46.12	46.00

表 2 回收试验结果 mg/片

序号	测定量	回收率(%)
1	50.45	99.90
2	50.35	99.70
3	50.46	99.92
4	50.40	99.80
5	50.42	99.84
6	50.43	99.86

注:实际加入 50.50 mg/片平均回收率=99.84%,
 $CV=0.08\%$

回收率试验 丙硫苯咪唑片处方,每片含丙硫苯咪唑 50 mg、淀粉 50 mg、硬脂酸镁 0.4 mg。按处方比例,精确称取丙硫苯咪唑等各 10 片量,研磨混匀后,再精确称取此混合

粉适量(约含丙硫苯咪唑 5 mg)共 6 份,分置于 6 只 50 mL 烧杯中,各加冰乙酸 5.0 mL,搅拌使其溶解(约 5 min,淀粉等辅料不会溶解),分别移入 6 只 100 mL 量瓶中,加水至刻度,充分混匀后,以双层定量滤纸过滤,弃去初滤液,准确量取续滤液 5.0 mL,按本法操作进行测定。结果如表 2 所示。

4 结 论

1)本文介绍的驱虫兽药丙硫苯咪唑片含量的比色测定法与《中华人民共和国兽药典》规定方法比较,测定结果基本一致。

2)本法快速简便、准确,并且可以 5%醋酸溶液代替规定方法中的分析纯乙醇,成本显著降低。本法适合于一般兽药厂(尤其是尚无紫外分光光度计的厂家)对该产品的含量测定与质量控制。

参 考 文 献

- 1 中国兽药典委员会编.《中华人民共和国兽药典》(第二部),北京:农业出版社,1990,34~35
- 2 Fritz F 著,Ralph E 译,有机分析点滴试验.北京:燃料化学工业出版社,1972,428~429

Colorimetric Method Used in Determining Albendazole Tablet Contents

Qiu Yongjun Sun Qun Yan Zushu Wei Fangxia Liu Binqi

(Northwestern Agricultural University, Yangling, Shaanxi, China, 712100)

Abstract The determination of Albendazole tablet contents is conducted by ultra-violet Spectrophotometry in (the Chinese Veterinary Pharmacopoeia, 1990 Edition). This paper introduces a fast colorimetric method thereby to replace the analytical pure alcohol in the above method with a 5% of distilled acetic solution, obviously lowering the costs. The recovery rate by this method can reach 99.84% on an average, and variation coefficient is 0.08%.

Key words Albendazole, ultraviolet spectrophotometry, colorimetric method