

· 研究简报 ·

以三波长分光光度法测定麦迪霉素的含量*

李考铮 邓芹英 邵集权 杨舜娟
(测试中心) (化学系)

摘 要

麦迪霉素样品先用简单的吸附方法除去强极性组分后,再用三波长分光光度法分析其有效成分.测定波长分别为230nm和279nm.结果表明所建立的方法是令人满意的.

关键词 麦迪霉素, 三波长分光光度法

麦迪霉素(Medecamycin)是从土壤中分离出来的生米加链霉菌经发酵产生的十六员大环内酯抗生素^[1,2],主要成分由A₁、A₂、A₃和A₄所组成,其基本骨架相同,差异在于大环上9位碳及碳霉糖上4"碳上取代基的不同,详见表1^[3,4].

表1 麦迪霉素4个组分的结构

Tab.1 Structures of four components of medecamycin

	大环9位碳	4"位取代基
A ₁	C—OH	—O—COC ₂ H ₅
A ₂	C—OH	—O—COC ₃ H ₇
A ₃	>C=O	—O—COC ₂ H ₅
A ₄	>C=O	—O—COC ₃ H ₇

麦迪霉素有效成分含量的测定一般用微生物比色法和化学效价法^[5,6],但此类分析方法耗时长,且测定结果是总的效价,不能分别测定A₁、A₂、A₃及A₄的含量.

麦迪霉素4个组分的化学结构中,A₁、A₂具有 α 、 β 、 γ 、 δ 不饱和醇的发色团,而A₃、A₄具有 α 、 β 、 γ 、 δ 不饱和酮发色团,它们两两具有相同的紫外吸收光谱,其中A₁、A₂的 λ_{\max} = 230nm, A₃、A₄的 λ_{\max} = 279nm.据此,本文选择230nm和279nm作为它们的测定波长,以三波长法^[7]分别测定A₁ + A₂和A₃ + A₄的含量.

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

1.1.1 仪器:紫外光分光光度计(岛津UV-240);付立叶变换红外光谱仪(Nicolet 5Dx);付里叶变换核磁共振仪(Jeol 90Q)

本文1989年3月20收到

• 金毅,张义参加部分工作

1.1.2 试剂: 氯仿、乙酸乙酯、乙醚、正丁醇、无水乙醇(以上均为分析纯试剂)及中性层析氧化铝。

1.1.3 试样: 麦迪霉素, 广州抗菌素厂提供。

1.2 实验方法

1.2.1 薄层层析条件的选择: 以中性氧化铝为吸附剂, 以展开剂[氯仿:乙酸乙酯:乙醚:正丁醇(90:12.6:9:0.6)]对麦迪霉素原样进行薄层层析实验, 获得6个斑点。

1.2.2 柱层析法分离制备标样: 按上述薄层层析条件, 对麦迪霉素进行柱层析分离, 分部收集其洗脱液, 将相当于 $A_1 + A_2$ 及 $A_3 + A_4$ 的组分分别合并后, 经减压蒸馏除去溶剂, 纯化及真空干燥得白色固体, 此即标样1与标样2。它们的光谱数据与文献值一致, 见表2。

表2 标样1与标样2的光谱数据

Tab. 2 Spectral data of standard samples 1 and 2

	标样 1	标样 2
UV(nm)	279	230
IR(cm^{-1})	3510(ν_{OH})	3510(ν_{OH})
	1700($\nu_{\text{C=O}}$)	1735($\nu_{\text{C=O}}$)
	1680 ($\nu_{\text{C=C}}$)	1635($\nu_{\text{C=C}}$)
	1600	
^1H NMR (ppm)	9.6(s, 1H), -CHO	9.7(s, 1H) -CHO
	6.1~6.6(m, 3H)^^	5.4~6.9(m, 4H)^^
	3.7(s, 3H) -OCH ₃	3.7(s, 3H) -OCH ₃
	2.6(s, 6H) -N< $\begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$	2.5(s, 6H) -N< $\begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$

1.2.3 选择测定波长^[7]: 用作图法选择两组波长, λ_1 、 λ_2 、 λ_3 分别为319nm、279nm、249nm, λ_1' 、 λ_2' 、 λ_3' 分别为249nm、230nm、200nm, 其中 λ_2 (279nm), λ_2' (230nm)为相应的测定波长, 而 λ_1 和 λ_3 , λ_1' 和 λ_3' 为相应的参比波长。

1.2.4 工作曲线: 分别准确称取标样1和标样2, 配成一系列不同浓度的标准乙醇溶液, 在UV-240分光光度计上, 用三波长法测定它们的 ΔA , 以 ΔA 值为纵坐标, 标准液的浓度 c 为横坐标作图, 得标样1和标样2两条工作曲线。

1.2.5 麦迪霉素主要有效成分的定量测定: 准确称取20mg麦迪霉素原样, 以简易的吸附方法除去强极性组分(非 A_1 、 A_2 、 A_3 、 A_4)后, 将试样定量地转移到250ml容量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度。在岛津UV-240分光光度计上, 选用上述两组波长, 以三波长法测定它们的 ΔA 值, 根据测得的 ΔA 值, 利用各自的工作曲线, 分别查得 $A_3 + A_4$ 和 $A_1 + A_2$ 的对应浓度, 用下式计算它们的百分含量。

$$A_1 + A_2 \text{ (或 } A_3 + A_4 \text{) 的百分含量} = \frac{c}{100} \times \frac{250}{\text{试样重}} \times 100\%$$

2 结果与讨论

2.1 薄层层析条件的选择及结果 以氧化铝为吸附剂,用展开剂(见1.2.1节)分出6个斑点(表3),分离效果较好^[4]。

表3 薄层层析数据

Tab.2 Data of TLC

斑点编号	I	II	III	IV	V	VI
R_f 值	0.57	0.48	0.39	0.30	0.23	0.11

斑点 I + II 为标样 1, 斑点 IV + V 为标样 2

2.2 干扰物的消除问题 薄层层析法显示的斑点 VI 及原点,在紫外光灯下均呈强蓝色荧光,在波长 279 nm 及 230 nm 处有强吸收,因此在测定 $A_1 + A_2$ 及 $A_3 + A_4$ 的含量时,必须预先以快速层析法把该 2 个干扰物除去,以免影响测定结果。组分 VI 及原点化学结构,有待深入研究。

2.3 定量分析结果 图 1 表明,在各自测定条件下, $A_3 + A_4$ 在 0~9mg/100ml 浓度范围内, $A_1 + A_2$ 在 0~7mg/100ml 范围内,均符合比耳定律,有良好的线性关系。两个样品的分析结果列于表 4,表明用本法测定麦迪霉素的有迪效成分 $A_1 + A_2$ 与 $A_3 + A_4$ 的含量准确性和重现性均较好。

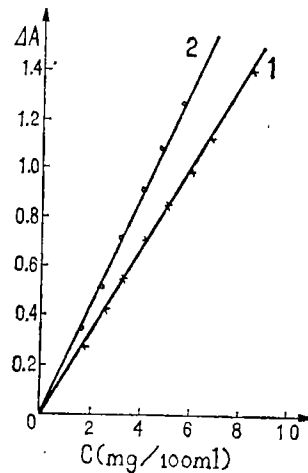


图1 工作曲线

Fig. 1 Calibration curves of standard samples

1. $A_3 + A_4$ 2. $A_1 + A_2$

表4 麦迪霉素的分析结果

Tab.4 Analytical results of medecamycim

样品编号	$A_1 + A_2$			$A_3 + A_4$		
	含量(%)	平均值(%)	平均偏差	含量(%)	平均值(%)	平均偏差
923	51.5	52.7	0.60	35.4	35.1	0.38
	53.1			35.6		
	52.9			35.0		
	53.3			34.5		
937	47.9	47.7	0.53	36.6	35.3	0.83
	47.7			34.3		
	47.7			34.6		
	47.5			35.6		

参 考 文 献

- [1] Niida T et al., *J. Antibiotics*, 24(1971), 319
[2] Omoto S et al., *J. Antibiotics*, 24(1971), 460
[3] Tsuruoka T et al., *J. Antibiotics*, 24(1971), 476
[4] Tsuruoka T et al., *J. Antibiotics*, 24(1971), 526
[5] 赵茂增, 抗生素, 9(1984), 2, 106
[6] 任钧如, 抗生素, 6(1981), 6, 66
[7] 过乃蓉等, 化学分析, 11(1983), 6, 408

Quantitative Determination of Medecamycin by Three-wavelength Spectrophotometry

Li Kaozheng Deng Qinying Shao Jiguan Yang Shunjuan*

Abstract

Samples were first treated with neutral aluminium oxide to remove the strongly polar components and then analysed by means of three-wavelength spectrophotometry, in which the bands of 230nm and 279 nm were selected for the determination of the effective components. The results show that the established method is satisfactory.

Keywords medecamycin, three-wavelength spectrophotometry