

表4 第二组干扰试验

病毒	干 扰 素 (u)						
	2000	1000	500	250	125	62.5	31.25
10 ⁻⁴	—	—	—	+	+	+	+
	—	—	—	—	+	+	+
	—	—	—	+	+	+	+
10 ⁻⁵	—	—	—	—	+	+	—
	—	—	—	—	+	+	+
	—	—	—	—	+	+	+

3 结论和讨论

由试验结果可见,猪白细胞干扰素在 500u/ml 以上浓度可完全抑制牛病毒性腹泻/粘膜病(BVD/MD)病毒所产生的细胞病变,在 250u/ml 浓度可部分抑制病毒所产生的细胞病变,在 250u/ml 以下浓度不能抑制病毒所产生的细胞病变。

一般认为干扰素具有相对种属特异性,如鸡胚细胞产生的干扰素不能保护人或其它哺乳动物,但在一些种属关系较远的动物间也存在交叉活性。本试验证实干扰素在猪和牛之间存在交叉活性。另外,在试验过程中发现,尽管猪白细胞干扰素在 250u/ml 以下浓度不能抑制病毒所产生的细胞病变,但细胞产生细胞病变的时间较晚,病变程度较轻,说明干扰素仍然起一定作用。

参考文献:

- [1] 王明俊主编,兽医生物制品学[M]. 北京:中国农业出版社, 1997.
- [2] 中华人民共和国农业部,中华人民共和国兽用生物制品规程[S](一九九二年版),1992.

掺假阿莫西林的鉴别方法

郭青敏, 赵小萍

(石家庄华牧集团公司, 河北石家庄 050061)

[收稿日期] 2000-05-22 [文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2001)-02-0032-02 [中图分类号] S859.796

[摘 要] 用高效液相色谱法对阿莫西林和氨苄青霉素进行区分,结果证实,该法简便、快速、准确。

[关键词] 高效液相色谱法;阿莫西林;氨苄青霉素

阿莫西林是一种新型的抗生素类药,《中国药典》1995 年版已有收载^[1],其含量测定方法是紫外分光光度法。当掺有氨苄青霉素时,依照药典进行鉴别、含量检测均符合规定,未发现掺假现象,可能误判为合格。我们依据《中国药典》2000 年版^[2]的测定方法,经过多次试验,能够通过高效液相色谱法迅速查明阿莫西林掺假的质量问题。

1 仪器与试样

TU-1201 紫外分光光度计(北京普析仪器公司),高效液相色谱仪(日本岛津公司),AEG-220G 电子天平(日本岛津公司),PHS-29A 酸度计(上海第二分析仪器厂)。

阿莫西林对照品(中国兽医药品监察所,含量 86.3%,批号 K022301298);氨苄青霉素(华北制药厂);阿莫西林(石家庄制药集团);阿莫西林饮水剂 10%(石家庄华牧集团公司兽药厂,批号 20000305),以下称 1 号样;自制混合样品 4 批(含阿

莫西林 5%,氨苄青霉素 5%二批;含阿莫西林 8%,氨苄青霉素 2%二批)。以下称 2、3、4、5 号样。

2 方法

2.1 按文献[1]阿莫西林项下鉴别及含量测定法测定各样。

2.1.1 鉴别 精密称取 1 号样及自制混合样适量,加水制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,在 50℃ 水浴微温使溶解后,依法测定(文献[1]附录 VIIH)。

精密称取 1 号样及自制各样适量,加水溶解并稀释成 1mg/ml 的溶液,依法测定([1]附录 VII E)。

2.1.2 含量测定 精密称取 1 号样及自制各样适量,按紫外分光光度法测其含量。

2.2 用 HPLC 法测定阿莫西林含量(依据文献[2]),测定条件:固定相为十八烷基硅烷键合硅胶(柱长 30cm),以磷酸盐缓冲液(pH5.0)(取磷酸二氢钾 13.6g,加水溶解后稀释到 2000ml,用 8mol/L 氢氧化钾溶液调 pH 值至 4.9~5.1)-乙腈(96:4)

为流动相;流速为每分钟约 1ml;检测波长为 254nm。样品稀释液为磷酸盐缓冲液(pH5.0)。

取各样约 300mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加稀释液溶解并稀释至刻度,摇匀,取 20 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取阿莫西林对照品适量,同法测定,按外标法以峰面积计算出各样品中阿莫西林的含量。

3 结果

测定结果见表 1。

表 1 阿莫西林含量测定结果

样品	pH 值	比旋度	UV		t_R (min)	含量(相当于标示量)	
			λ_{max}	A		药典法 (%)	HPLC 法 (%)
1	4.30	105	325	0.486	4.05	99.85	99.84
2	4.15	298	325	0.492	4.05	102.53	50.28
3	4.16	299	325	0.492	4.05	102.48	50.01
4	4.10	302	325	0.488	4.05	100.27	80.02
5	4.09	302.5	325	0.487	4.05	100.24	29.97
对照品	—	—	325	0.475	4.05		

4 回收率测定

精密称取已知含量的阿莫西林 5%与氨苄青霉素混掺的可溶性粉 0.5g,加入不同浓度水平的阿莫西林对照品适量,按上述方法(HPLC 法)测定,结果见表 2,平均回收率 100.44%,RSD=0.16,n=5。

表 2 回收率测定结果 (g,n=5)

样品量	含阿莫西林量	加入对照品量	阿莫西林测的量	回收率
0.5376	0.0269	0.0241	0.0514	100.78
0.5367	0.0268	0.0450	0.0314	100.32
0.5546	0.0280	0.0640	0.0928	100.72
0.5827	0.0299	0.0847	0.1114	99.84
0.5931	0.0289	0.0771	0.1065	100.57

5 讨论

试验表明,所有样品均含有阿莫西林,1 号样为合格品,两种方法测定结果相符;2、3、4、5 号样依照紫外分光光度法检测为合格品,HPLC 法测其含量不合格。其原因是自配样中氨苄青霉素在 λ_{max} 为 325nm 处也有最大吸收,并且其吸收度比同量的阿莫西林大。因此紫外分光光度法误判为合格。用 HPLC 法能分开氨苄青霉素,准确测定阿莫西林含量。因此在药品检测中采用 HPLC 法可以快速简便地测定阿莫西林的真正含量。

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. 1995 年版(二部)[S]. 广州:广东科技出版社,北京:化学工业出版社,1995.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 2000 年版(二部)[S]. 北京:化学工业出版社,2000.

鸡大肠杆菌冻干菌种毒力复壮方法

姚奋卯, 王素枝, 刘 强, 张申璇

(山西省生物制品厂、山西大谷 030800)

[收稿日期] 2000-07-13 [文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2001)-02-0033-02 [中图分类号] S852.612

[摘要] 鸡大肠杆菌菌种经冻干冷冻保存后,毒力明显下降,用中管 37℃ 酵母肉汤 24h 的培养物注射敏感鸡的致死率,由冻干时的 75% 降到 19.2%。后经敏感鸡大剂量复壮后,毒力恢复到原标准。

[关键词] 鸡大肠杆菌; 菌种; 毒力

我厂在 1993 年 6 月至 1994 年 6 月间陆续制备鸡大肠杆菌冻干菌株若干株,冷冻保存到 1996 年 6 月使用时,绝大部分的毒力明显下降,经敏感鸡大剂量复壮后,毒力达到原菌种的标准,使生产得以顺利进行,具体情况如下。

1 原冻干菌株的毒力

用各菌株中管 37℃ 酵母肉汤 24h 的培养物,分别注射(肌肉或皮下)20 日龄敏感鸡 0.5ml/只,致

死率为 75%(27/36)。

2 保存后菌株的毒力

选择其中 13 株冻干菌株,分别用中管 37℃ 酵母肉汤 24h 的培养物,肌注 17 日龄敏感鸡 1ml/只,每株注 2 只,共 26 只,结果其中 1 个组 2/2 死亡,3 个组 1/2 死亡,另 9 组出现轻微反应,几天后恢复正常。保存后的菌株虽注射剂量增加 1 倍,死亡率仅为 19.2%(5/26),显示其毒力明显下降。