

反相 HPLC 法测定乌洛托品合剂的含量

步 雪 张作华 周锦勇
(空军西安医院 西安 710054)

摘要 本文采用反相 HPLC 法测定乌洛托品合剂的含量。通过选择合适的色谱条件及内标物,乌洛托品的平均回收率为 99.87% (RSD=0.35%, n=5)。

关键词 反相 HPLC 法;乌洛托品;含量测定

乌洛托品合剂是一种尿道防腐剂,主要用于治疗肾盂炎、膀胱炎等。在我院临床使用十多年来,效果良好。处方组成为:乌洛托品 5g,橙皮酊 5ml,蒸馏水加至 100ml。过去,我们对其进行含量测定都采用中和法^[1],操作及计算都较为繁琐。近年来,我们选用反相 HPLC 法测定其含量,方法可靠,操作简单,灵敏度高,重现性好,为控制乌洛托品合剂的质量提供了切实可行的方法。

一、仪器和药品

高效液相色谱仪(美国光谱物理公司): SP-8810 泵, SP-200 型紫外检测器, SP-4600 积分仪, ODS 柱(5 μ m, 4.6mm \times 220mm); 乌洛托品标准品(中国药品生物制品检定所); 间二硝基苯(分析纯,北京化工厂)。

二、实验方法与结果

1. 标准溶液的制备 精密称取干燥至恒重的乌洛托品约 50mg,置 50ml 容量瓶中,加甲醇制成含量为 1mg/ml 的溶液,备用。

2. 内标溶液的制备 精密称取间二硝基苯标准品适量,加甲醇制成含量为 20 μ g/ml 的溶液,备用。

3. 色谱条件的选择 将内标溶液加入到标准溶液中,经微孔滤膜过滤,取 10 μ l 进样,经过反复实验,得出以甲醇:水=75:25 为流动相,检测波长为 210nm,流速为 0.5ml/min 的条件下得到分离较好的色谱图(见图 1)。



图 1 乌洛托品、内标色谱图

- ①乌洛托品(4.86min)
- ②内标(7.43min)

4. 标准曲线的建立 精密量取标准溶液 0.25、0.5、0.75、1.0、1.25、1.5ml 及内标 5ml,分别置于 50ml 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,经微孔滤膜(0.45 μ m)过滤,取 10 μ l 进样测定。以 $y(A_{\text{标}}/A_{\text{内}})$ 对 $x(\text{浓度})$ 进行线性回归得回归方程为: $y = 1.5075 + 0.4385x (r = 0.9999)$ 。

由此可见,乌洛托品的浓度在 5~30 μ g/ml 范围内呈现良好的线性关系(见图 2)。

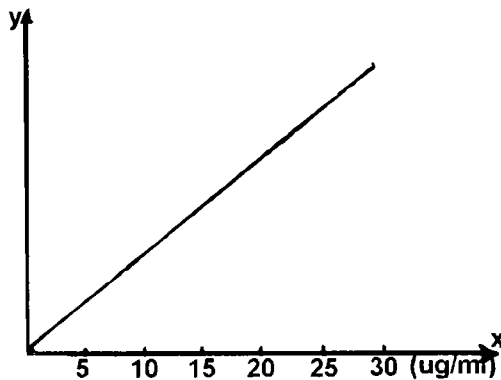


图 2 乌洛托品标准曲线图

5. 回收率试验 按处方比例配制 5 批模拟的乌洛托品合剂,精密量取 1ml,置

50ml 容量瓶中,加入内标 5ml.用流动相稀释至刻度,经微孔滤膜(0.45 μ m)过滤.取 10 μ l 进样,测定结果见表 1.

6. 样品测定 精密量取乌洛托品合剂 1ml,照“回收率试验”项下方法测定.计算含量,结果见表 2.

三、讨论

1. 内标物的选择.在该色谱条件下进行内标物筛选,经过多次摸索,以间二硝基苯较为理想,能与乌洛托品基线分离,并且保留时间适中(乌洛托品:4.86 分,间二硝基苯:7.43 分).

表 1 乌洛托品合剂回收率试验结果(n=5)

样品 编号	加入量 (μ g/ml)	实测量 (μ g/ml)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	20.00	19.97	99.85		
2	20.00	20.02	100.10		
3	20.00	19.94	99.70	99.87	0.35
4	20.00	19.88	99.40		
5	20.00	20.06	100.30		

表 2 样品测定结果(n=5)

	样 品 号				
	1	2	3	4	5
标示量(%)	100.70	99.98	98.84	101.62	97.96
RSD(%)	0.29	0.33	0.27	0.31	0.36

2. 该流动相配比简单,廉价易得,样品不经提取可直接测定,一次进样 8 分钟左右便可测出结果.

3. 橙皮甙经稀释后,浓度较低,紫外吸收峰不明显,不影响主药的测定.

4. 由回收率试验结果可看出,乌洛托品的平均回收率为 99.87%(RSD=0.35%,n=5),采用内标法在本实验选定的条件下测定乌洛托品合剂的含量可靠易行.

参考文献

[1]药局技术操作手册.山东科学技术出版社.济南部队后勤部卫生部编.1984 年版:254.

头孢氨苄胶囊致面部红肿 1 例

宋申亮 孙秋英

(解放军第 148 医院 山东周村 255300)

头孢氨苄胶囊为可口服的头孢类广谱抗生素,杀菌力强.近年来本品应用广泛,过敏反应未见报道.现报告 1 例如下:

患者,宋某,男,6 岁.因咽痛,发热到院保健室就诊.查体:T39 $^{\circ}$ C,P95 次/min,声不嘶哑,浅淋巴结稍肿大,咽红,双扁桃体 I $^{\circ}$,红而无脓.查血:WBC 12.0 \times 10 9 /L,HB105g/L,N0.8,L0.4.诊断为扁桃腺炎.既往无过敏史.对症给予物理降温的同时,头孢氨苄胶囊(山东新华药厂原料,本院制剂室分装,0.125g/粒 批号:950612,批准文号:济字 BP08-105)0.125po,qid.上午 8 时给药,当日下午 1 时,家长发现患儿面部红肿严重,

遮住双眼,双臂及前胸有少量红斑点.当即给予扑尔敏 2mg,葡萄糖酸钙 0.5g.面部红肿未继续发展,次日早晨基本消失,便改用乙酰螺旋霉素 0.1g,po,qid,首次加倍,未见异常.

头孢氨苄胶囊为人工半合成的 β -内酰胺类抗生素,主要用于革兰氏阳性细菌和部分阴性细菌的感染,如上呼吸道感染及扁桃腺炎,中耳炎,尿路感染等.本品毒性小,不良反应少,偶有食欲不振等胃肠道反应,但多较轻微.该患者停用头孢氨苄胶囊,改用乙酰螺旋霉素未见异常,故认为患者对头孢氨苄胶囊过敏.这应引起医生和患者的注意.