

• 药物分析 •

褶合光谱法测定复方替硝唑含漱剂含量

张 艳 汪建民 茅志安 王 林(武警浙江省总队医院 嘉兴 314000)

摘要 目的: 研究测定复方替硝唑含漱剂含量的方法。方法: 采用褶合光谱法不经分离直接测定替硝唑和醋酸氯己定的含量。结果: 平均回收率和 *RSD* 分别为 99.95%, 0.74%; 99.93%, 0.55%。结论: 采用褶合光谱法不经分离直接测定复方中的两组分含量, 方法简便、快速, 结果准确。

关键词 替硝唑; 醋酸氯己定; 褶合光谱法

复方替硝唑含漱剂是我院研制用于治疗口腔厌氧菌感染及其它细菌引起的咽峡炎及口腔溃疡的医院制剂, 处方内含替硝唑(TNZ) 0.1%、醋酸氯己定(CA) 0.1%、矫味剂适量。根据两组分的紫外吸收特征, 本文采用褶合光谱分析法不经分离直接测定复方制剂中两组分含量, 方法简便、快速, 结果准确。

1 原理

褶合光谱法的特殊贡献在于它充分估价了整个光区范围内物质对光吸收特性的变化信息, 它是在将透光率转换成吸收度 *A* 后, 不失时机地继续进行变换, 采用类似多项式回归的褶合变换技术, 将物质对光吸收特性的变化, 以 6 种数学分量 ($Q_0 \sim Q_5$) 的形成分离提取出来, 并记录各数学分量随平均波长的变化轨迹, 构成一种由成百上千条褶合曲线组合起来的褶合光谱群, 以此为基础, 寻求新的定性定量分析方法。对双组分测定, 褶合曲线分析法可自动定位在其中一组分褶合曲线贡献为零之波长处, 计算另一组分对混合物褶合曲线的贡献, 从而达到不经分离同时测定两组分含量。

2 仪器、试剂和药品

7530G 紫外可见分光光度计(上海分析仪器厂), 486 计算机, 褶合光谱软件(第二军医大学研制); 替硝唑(上海市药品检验所提供); 醋酸氯己定(符合药典标准); 复方替硝唑含漱剂(本院自制)。

3 吸收光谱的绘制

以蒸馏水为溶剂, 按处方比例配制 TNZ

(1.0360mg/100ml), CA (1.0780mg/100ml) 及混合组分溶液, 以溶剂为空白, 测定 200~400nm 内各溶液的紫外吸收光谱, 见图 1。TNZ 和 CA 的紫外吸收图谱互相重叠, 辅料在样品测定范围内无吸收, 不干扰测定。

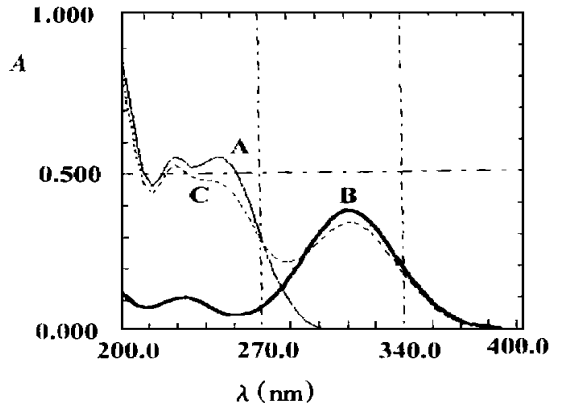


图 1 复方替硝唑含漱剂吸收光谱

A—TNZ, B—CA, C—混合组分

4 最佳测定条件选择——回收率试验

4.1 模拟样品的配制

精密称取经 105℃干燥至恒重的 TNZ 和 CA 各约 50mg, 置于 100ml 容量瓶中, 加溶剂溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1.80, 1.90, 2.00, 2.10, 2.20ml, 各置于 100ml 容量瓶中, 同时按处方比例加入辅料液, 并用溶剂稀释至刻度, 共配制 5 份模拟样品, 其吸收度值 < 1.2。

4.2 操作

以上各液以溶剂为空白, 在波长 200~400nm 范围内扫描测定, 由褶合光谱软件采集 220~400nm, 间隔 4nm 的吸收度信息, 应用褶

合光谱的双组分定量分析软件进行褶合分析, 得各组分最佳测试条件, 褶合光谱图见图 2、3, 回收率和 RSD 见表 1。

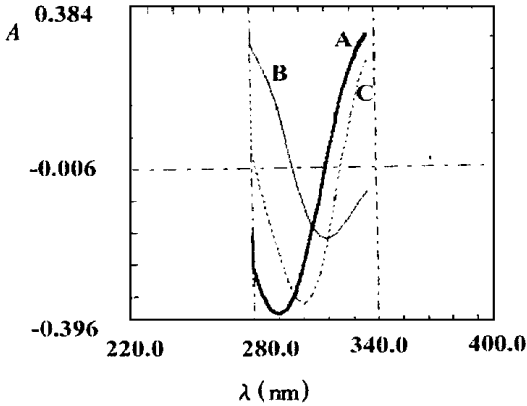


图 2 醋酸氯己定的最佳褶合光谱

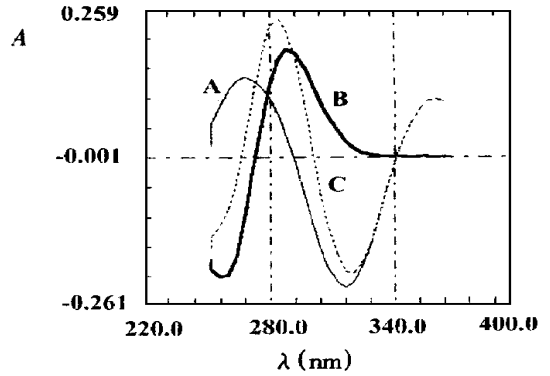


图 3 替硝唑的最佳褶合光谱
5 样品测定

按处方配制 3 批样品, 各精密量取 5ml, 置 100ml 容量瓶中, 加蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 按回收率试验项下操作, 测定含量, 结果见表 2。

表 1 替硝唑、醋酸氯己定的回收率测定结果

样品	替硝唑			醋酸氯己定		
	加入量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测得量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率 (%)	加入量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测得量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率 (%)
1	0.9324	0.9341	100.18	0.9702	0.9642	99.38
2	0.9842	0.9911	100.70	1.0241	1.0288	100.46
3	1.0360	1.0232	98.76	1.0780	1.0825	100.42
4	1.0878	1.0654	99.77	1.1319	1.1242	99.32
5	1.1396	1.1432	100.31	1.1858	1.1864	100.05
\bar{X}			99.95			99.93
RSD (%)			0.74			0.55

表 2 样品含量测定结果 (标示量%)

批号	替硝唑	醋酸氯己安
970921	98.98	99.01
970928	99.42	99.74
971006	99.53	99.05

6 讨论

为获得最佳的测定结果, 在进行褶合光谱

分析时, 将测得的吸收曲线进行波长范围的截取和波长间隔的选择是非常重要的。本文经试验选取波长 220~ 400nm, 间隔 4nm, 结果满意。

本法所有数据均实行计算机自动化处理, 与紫外吸收光谱法比较, 操作简单, 灵敏快速。
(收稿: 1998-08-25)

HPLC 法测定人血清中头孢拉定浓度

袁荣刚 王晓波 邢山闽 (解放军第 210 医院药剂科 大连 116021)

摘要 目的: 建立测定人血清中头孢拉定浓度的高效液相色谱法(HPLC)。方法: 血清经高氯酸处理后进样, 采用 Bio-Rad- C₁₈ 不锈钢柱, 以甲醇| 醋酸盐缓冲液(25: 75, v/v) 为流动相, 茶碱为内标, 在波长 254nm 处测定。结果: 头孢拉定的线性范围为 5~ 100mg/L, 平均回收率为 (100.3 ± 2.3)%, 日内、日间精密度的 RSD 均小于 3%。结论: 本法简便、可靠、适用于临床监测。

关键词 头孢拉定; 高效液相色谱; 血药浓度