

双波长分光光度法测定复方萘酚喹片中甲氧苄啶含量

肖文中, 张美义, 林燕芳, 詹利之, 符林春, 李国桥(广州中医药大学热带医学研究所, 广州 510407)

摘要: 目的: 建立复方萘酚喹片中甲氧苄啶含量测定的方法。方法: 测定波长为 271nm, 参比波长为 361nm。结果: 线性范围为 6.24~31.20 μ g/ml, $r=0.9999$ ($n=6$), 平均回收率为 100.9%, RSD 为 0.24% ($n=6$)。结论: 该法操作简便、快捷、准确, 适用于其含量和溶出度的测定。

关键词: 双波长分光光度法; 磷酸萘酚喹; 甲氧苄啶; 复方制剂

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2001)06-0354-02

Determination of trimethoprim in compound naphthoquine tablets by di-wavelength spectrophotometry

XIAO Wen-zhong, ZHANG Mei-yi, LIN Yan-fang, ZHAN Li-zhi, FU Lin-chun, LI Guo-qiao (Traditional Medicine Institute of Guangzhou TCM, Guangzhou, 510407, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE: To develop a method for determination of trimethoprim in compound naphthoquine Tablets. **METHODS:** Detected at 271nm, with referenced wavelength at 361nm. **RESULTS:** Within 6.24~31.20 μ g/ml, TMP had a good linearity ($r=0.9999$). The average recovery was 100.9%, with the RSD of 0.24% ($n=6$). **CONCLUSION:** The method was simple, rapid, accurate, and can be used both as the determination of content and the determination of dissolve.

KEY WORDS: di-wavelength spectrophotometry; naphthoquine phosphate; trimethoprim; compound preparation

甲氧苄啶是磷酸萘酚喹复方制剂中的主要成分之一, 其含量测定中国药典(1995年版二部)记载的单方制剂, 采用单波长分光光度法测定, 测定波长为 271nm, 由于该波长处主药磷酸萘酚喹有较大吸收干扰, 故不能采用单波长分光光度法直接测定, 为控制甲氧苄啶质量, 需找一种不受干扰的方法测定含量。本文采用双波长分光光度法测定, 无需提取、分离, 可直接测定该复方制剂中甲氧苄啶的含量, 经实验证明本法简便、快速、灵敏度高、结果准确。

1 仪器和材料

日立 U-3200 型紫外分光光度计, Aettler AE100 电子天平, CSF-1A 超声发生器。

复方萘酚喹片、甲氧苄啶对照品、磷酸萘酚喹对照品。

2 方法和结果

2.1 测定波长的选择

按处方比例分别用 0.1mol/L 盐酸配制一定浓度的甲氧苄啶溶液、磷酸萘酚喹溶液和辅料溶液, 在 250~400nm 波长范围内扫描得紫外图谱(见图 1),

辅料在此范围内几乎无吸收, 甲氧苄啶在 271nm 波长处有最大吸收峰, 找出该波长处磷酸萘酚喹的等吸收点为 361nm, 该处甲氧苄啶基本无吸收, 故选用 271nm、361nm 双波长测定甲氧苄啶。

2.2 标准曲线绘制

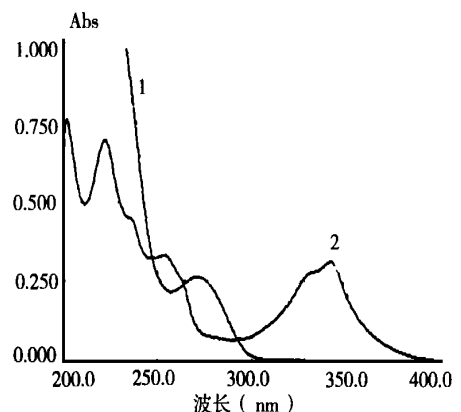


图 1 甲氧苄啶紫外吸收图谱

1- 甲氧苄啶 2- 磷孙萘酚喹

2.3 回收实验和辅料的影响

精密称取甲氧苄啶 15.6mg, 置 50ml 量瓶中, 加

0.1mol/L 盐酸溶液适量, 超声振荡使溶解并稀释至刻度, 摇匀。分别精密吸取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml 置 50ml 量瓶中, 各加入磷酸萘酚喹溶液 (75 μ g/ml) 5ml, 再加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 于 271nm、361nm 波长处测定其吸收度。以浓度 C 为横坐标, 吸收度差值 ΔA 为纵坐标作图, 求得线性方程为: $\Delta A = 0.027C + 0.00156$, $r = 0.9999$ ($n = 6$)。结果表明, 甲氧苄啶溶液浓度与吸收度均呈良好的线性关系, 在 6.24~ 31.20 μ g/ml 浓度范围内符合比耳定律。

处方中辅料在 250~ 400nm 波长处扫描, 测得辅料溶液在 271nm 波长处的吸收值为 0.007, 表明辅料对双波长法测定基本无影响。

精密称取甲氧苄啶和磷酸萘酚喹的干燥对照品适量按复方制剂处方比例加入辅料, 混匀, 依法测定, 求得甲氧苄啶的回收率分别为: 100.8, 100.6, 101.2, 100.8, 100.9, 101.2%。平均回收率为 100.9%, RSD 为 0.24% ($n = 6$)。

2.4 稳定性实验

取样品 3 批, 分别精密称取 0.62g, 按样品测定项下方法配制成供试品溶液, 立即测定和分别于 24h、48h 在 271nm 和 361nm 波长处测定其吸收度, 测定结果表明样品在 48h 内均无变化, 说明样品溶液比较稳定。

2.5 样品测定

取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量 (约相当于甲氧苄啶 0.62g) 置 500ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 精密吸取澄清续滤液 25ml 置 200ml 量瓶

中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 分别在波长 361nm 和 271nm 处测定吸收度, 求得 ΔA , 计算样品百分含量 (见表 1)。

表 1 样品中甲氧苄啶含量测定结果

样品批号	含量(标示量%)				平均值(标示量%)	RSD
990326	99.7	100.6	99.6	100.0	100.0	0.45
990327	98.1	99.6	97.8	97.9	98.4	0.86
990328	101.1	100.9	99.5	99.7	100.3	0.81

3 讨论

实验表明本文采用的双波长分光光度法可不经分离, 能消除磷酸萘酚喹的干扰, 从而直接测定复方制剂中甲氧苄啶的含量, 该法操作简便、快捷、准确, 亦适用于其溶出度的测定。

在记录光谱曲线时, 采用慢速扫描, 使噪声叠加较少, 吸收光谱曲线比较平滑, 找等吸收点时设间隔 0.1nm 测得一吸收值, 得到的数据较精密, 有利于精选等吸收波长。

供试品溶液配制时, 由于滤过后溶液仍有一些浑浊, 可用 0.8 μ m 的滤膜滤过, 得到澄清溶液, 再稀释测定。用滤膜或滤纸作滤材, 结果一致, 如以滤膜滤过测得甲氧苄啶 $\Delta A = 0.5108$, 磷酸萘酚喹 $A = 0.6023$, 以滤纸滤过测得甲氧苄啶 $\Delta A = 0.5106$, 磷酸萘酚喹 $A = 0.6022$ 。

说明两种方法对其吸收度影响不大, 可采用滤纸滤过后直接稀释法测定。

参考文献:

[1] 陈国珍. 紫外-可见分光光度法(上册)[M]. 北京: 原子能出版社, 1983: 55- 61.
 [2] 中国药典[S]. 1995 版二部. 1995: 143- 144.

收稿日期: 2001- 06- 13

(上接第 331 页)

GSH- Px 活力($P < 0.001$), 肝 GSH- Px 活力增强得更明显; 并且 SeY 和 Na₂SeO₃ 还能明显升高 CCl₄ 损伤肝鼠的肝 GSH- Px 活力($P < 0.01$), 且升高后的值高于正常鼠肝 GSH- Px 活力, 可见 SeY 能显著改善 CCl₄ 损伤肝鼠肝的损伤状态, 肝损伤鼠血 GSH- Px 活力未见降低, 可能与 CCL₄ 主要损伤肝脏有关, 但 SeY 和 Na₂SeO₃ 仍明显增强了损伤鼠血 GSH- Px 活力, 与正常鼠 GSH- Px 活力的升高后的值相近; 通过测定正常鼠血 LPO 含量变化可知 SeY 和 Na₂SeO₃ 在升高 GSH- Px 活力的同时能显著降低血 LPO 含量($P < 0.01$), 达到了抗氧化的目的。表明 SeY 有显著的抗氧化抗肝损伤的作用, 作用与 Na₂SeO₃ 类似。

硒已应用于临床作为化疗辅助药及治疗克山病、大骨节病、抗衰老等, 取得了明显的疗效, 因此硒制剂的研究引起了人们的普遍重视, 云硒冲剂是种新的硒制剂, 这里探讨了 SeY 的抗氧化抗肝损伤作用, 结果表明 SeY 与 Na₂SeO₃ 有类似的抗氧化抗肝损伤作用。

参考文献:

[1] 陈新谦. 金有豫. 新编药理学[M]. 第 14 版. 北京: 人民卫生出版社, 2000. 557.
 [2] 程继忠. 硒多糖, 亚硫酸钠对大鼠肝微粒体酶和 GSH- Px 等的影响[J]. 解放军医学杂志. 1998, 4: 245.
 [3] Riely CA. Ethane evolution: a new index of lipid peroxidation [J]. Science, 1974, 183: 208.

收稿日期: 2001- 07- 13