

性回归方程为  $y = -0.0115 + 0.7174x$ ,  
 $r = 0.9999$ 。

二、配制含小檗碱  $3.698 \mu\text{g/ml}$ ,  $10.884 \mu\text{g/ml}$  的血浆样品作批间日内精密度和批间日间精密度的试验。结果见表一。日内平均精密密度为  $1.79\%$ , 日间平均精密密度为  $3.66\%$ 。

表1 精密密度试验

加样量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	日内 (n=6)		日间 (n=3)	
	测定量 ( $X \pm SD$ )	CV (%)	测定量 ( $X \pm SD$ )	CV (%)
3.268	$3.2916 \pm 0.066$	1.99	$3.280 \pm 0.118$	3.59
10.884	$9.936 \pm 0.518$	1.59	$9.960 \pm 0.372$	3.73
		1.79		3.66

表2 回收率试验 (n=5)

加样量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	测定量 ( $X \pm SD$ )	回收率 ( $X \pm SD$ )	平均回收率 (%)
1.814	$1.811 \pm 0.037$	$99.82 \pm 2.06$	95.03
3.628	$3.308 \pm 0.144$	$91.19 \pm 3.97$	
5.442	$5.147 \pm 0.112$	$94.58 \pm 2.05$	
7.256	$6.878 \pm 0.137$	$94.78 \pm 1.89$	
9.070	$8.680 \pm 0.117$	$95.71 \pm 1.29$	
10.884	$10.256 \pm 0.283$	$94.23 \pm 2.60$	95.03
12.698	$12.081 \pm 0.069$	$95.14 \pm 0.54$	
14.511	$13.757 \pm 0.168$	$94.80 \pm 1.16$	

精密配制含小檗碱  $1.814 \sim 14.511 \mu\text{g/ml}$  的无水乙醇溶液, 依法进行二阶导数光谱测

定。以小檗碱乙醇溶液的测定值为  $100\%$ , 考察健康人血浆中加入小檗碱标准液后的回收率, 结果见表2。平均回收率为  $95.03\%$ 。

三、小檗碱的乙醇溶液在  $267 \text{nm}$  ( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  769),  $347 \text{nm}$  ( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  580),  $426 \text{nm}$  ( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  125) 处分别具有最大吸收<sup>(5)</sup>。经无水乙醇直接沉淀蛋白后由上清液在  $300 \text{nm}$  以下的基线干扰十分强烈, 故测定波长范围选用  $300 \sim 400 \text{nm}$ 。空白血浆由二阶导数光谱表明, 血浆样品基本上不干扰小檗碱的定量测定。

四、利用本法亦可对组织匀浆中的小檗碱的含量进行定量测定, 为检测生物样品中高浓度的小檗碱提供了方便。同时也可为进一步筛选生物样品中小檗碱的分离、净化与富集的方法提供一个简便、迅速、可靠的检测手段。

#### 参考文献

1. 古冢敏夫: 大取医科大学杂志, 17(1): 19 (1957)
2. Koualewski Zdzislaw, et al: CA V37 5043
3. Bhide MB, et al: Ind Jour Med Res 57(11): 2128, 1969
4. Miyazaki Hiroshi et al: J Chromatogr 152(1): 79 1978
5. 沈克温等: 实用药物分离鉴定手册 第一版 北京人民军医出版社 1986; 266

## 高效液相色谱法测定复方新诺明片的含量

上海医科大学仪器分析中心室

刘德林 胡 斯\* 丁秦雯

**提要:** 本文用高效液相色谱法, 采用国产填料 YWGC18 装填的色谱柱, 甲醇: 醋酸- $\text{NH}_3$  水缓冲液 (45:55) 为流动相, 非那西丁为内标, 对复方新诺明片中的磺胺甲基异恶唑和甲氧苄氨嘧啶进行含量测定, 并做线性关系和回收率测定, 方法简便、快速准确, 可作为复方新诺明片含量测定方法。

\*上海医科大学药专业90届夜大毕业生。

复方新诺明片含磺胺甲基异恶唑(SMZ)、甲氧苄氨嘧啶(TMP)。复方新诺明片的含量测定,中国药典(1985版)<sup>(1)</sup>规定,磺胺甲基异恶唑,照永停滴定法,用亚硝酸钠液滴定,甲氧苄氨嘧啶用分光光度法测定,美国药典(1985版)<sup>(2)</sup>,用高效液相色谱法测定,前者操作繁冗,分析时间长,后者用乙腈—1%醋酸为流动相,保留时间长且乙腈毒性较大,价格昂贵,作者参考了有关文献<sup>(3)</sup>,采用国产填料YWG18装填的反相柱,改用甲醇—缓冲液为流动相,非那西丁为内标,设计了较好的色谱条件,方法简便,快速,结果较满意。

### 一、标准品、样品、试剂

**标准品:**磺胺甲基异恶唑(SMZ),甲氧苄氨嘧啶(TMP)(上海药品检验所提供),非那西丁(内标)为有机分析标准试剂。

**样品:**复方新诺明片(市售品)

**试剂:**甲醇为AR级试剂,并经微孔滤膜过滤。冰醋酸、氨水为分析纯,蒸馏水为三次重蒸馏。

**缓冲液:**冰醋酸1ml,加蒸馏水至400ml,用氨水调节pH为7。

### 二、仪器及色谱条件

**仪器:**Waters高效液相色谱仪,包括510型输液泵,490型多功能可变波长检测器,U6K进样阀,840型数据处理机,岛津记录仪。

**色谱条件:**不锈钢柱(15)×4.6mm id),填料YWG18,10 $\mu$ m(天津化学试剂二厂)。  
**流动相:**甲醇:缓冲液(pH7)=45:55,  
**流速:**1.5ml/min, **纸速:**5mm/min, **检测波长:**240nm, **吸收度范围:**0.1AUFS, **室温。**

### 三、测定方法和结果

#### 1. 线性关系

**标准溶液配制:**精密称取磺胺甲基异恶唑约100mg,甲氧苄氨嘧啶约20mg,置50ml

量瓶中,加甲醇振荡溶解,并稀释至刻度,摇匀。浓度:磺胺甲基异恶唑约为2mg/ml,甲氧苄氨嘧啶约为0.4mg/ml。

**内标溶液配制:**精密称取非那西丁约50mg,置50ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,浓度约为1mg/ml。

**测定方法:**精密量取标准溶液0.25、0.50、0.75、1.0、1.25、1.50、1.75、2.0ml。分别置于50ml量瓶中,各精密加入内标溶液2ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。照上述色谱条件,进样10 $\mu$ l进行测定,以浓度比为横座标,峰面积比为纵座标绘图,其数据经直线回归,线性关系及精密度均好,结果见表1,图1。

表1 SMZ, TMP 标准线性关系

取 样 量	SMZ		TMP	
	Ci/Cs	Ai/As	Ci/Cs	Ai/As
ML				
0.25	0.2498	0.1324	0.0499	0.0316
0.50	0.4995	0.2652	0.0998	0.0649
0.75	0.7493	0.4104	0.1497	0.1040
1.00	0.9990	0.5545	0.1996	0.1429
1.25	1.2488	0.6997	0.2496	0.1836
1.50	1.4985	0.8462	0.2994	0.2269
1.75	1.7483	0.9734	0.3493	0.2620
2.00	1.9980	1.1159	0.3992	0.3036
	r = 0.99989		r = 0.99967	
	A = -0.0116		A = -0.0118	
	B = 0.5662		B = 0.7870	

#### 2. 回收率测定

精密称取磺胺甲基异恶唑约100mg,甲氧苄氨嘧啶约20mg,并按处方规定的配比,加入淀粉,硬脂酸镁等辅料,置50ml量瓶中,加甲醇30ml振荡,超声波处理5分钟,用甲醇稀释至刻度,摇匀,取溶液适量,离心,精密量取上清液1.5ml,置50ml量瓶中,精密加入非那西丁(内标)2ml,用流动相稀释至刻度,摇匀,进样10 $\mu$ l进行测定,结果见表2。

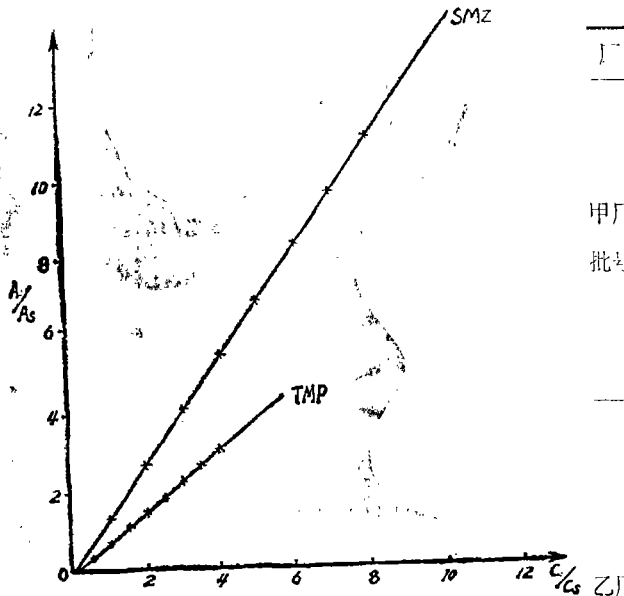


图1 SMZ, TMP标准曲线

表2 SMZ, TMP 回收率测定结果

组分	样品号	配制浓度 (μg/ml)	回收率 (%)	平均值 (%)	相对标准偏差 (%)
SMZ	1	60.12	99.96	99.89	0.36
	2	60.12	99.58		
	3	60.06	99.83		
	4	60.06	100.45		
	5	60.24	99.60		
TMP	1	12.12	100.02	100.68	0.93
	2	12.12	99.21		
	3	12.06	101.73		
	4	12.06	101.20		
	5	12.00	100.64		

3. 样品测定

取复方新诺明片10片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于SMZ100mg、TMP20mg)置50ml量瓶中,照回收率项下方法测定,结果见表3

四、讨论

1. 检测波长选择:复方新诺明片,每片含磺胺甲基异恶唑400mg,甲氧苄氨嘧啶80mg,两组分配比为5:1,含量相差较大。甲氧苄氨嘧啶在223nm波长处有最大吸

表3 复方新诺明片含量测定结果

厂别	批号	名称	标示量 (%)	平均值 (%)	相对标准偏差 (%)
甲厂	890518	SMZ	100.84	100.70	0.13
			101.20		
			100.16		
			100.60		
			99.13		
		TMP	99.25		
			99.57		
			99.50		
			99.36		
			99.36		
乙厂	881201	SMZ	102.14	101.21	0.87
			101.09		
			101.92		
			99.92		
			100.98		
		TMP	100.25		
			99.32		
			100.41		
			100.43		
			101.15		
丙厂	881202	SMZ	98.00	99.84	0.70
			98.54		
			99.52		
			99.28		
			98.60		
		TMP	98.03		
			97.40		
			98.13		
			98.47		
			98.47		
丙厂	891002	SMZ	100.89	101.02	0.99
			102.02		
			100.08		
			98.63		
			99.08		
		TMP	99.08		
			98.41		
			98.41		
			97.53		
			97.53		

收峰,选用223nm进行检测,提高了检测甲氧苄氨嘧啶的灵敏度,但对检测器和溶剂的要求较高,若用254nm(美国药典采用)或269nm磺胺甲基异恶唑的最大吸收波长进行检测,两组分的峰面积或峰高相差悬殊,影响定量分析的准确性。选用240nm作为检测

波长, 甲氧苄氨嘧啶的峰型变窄, 峰增高, 提高其检测的灵敏度, 兼顾了两组分的含量测定, 有利于两组分的定量分析, 见图2。

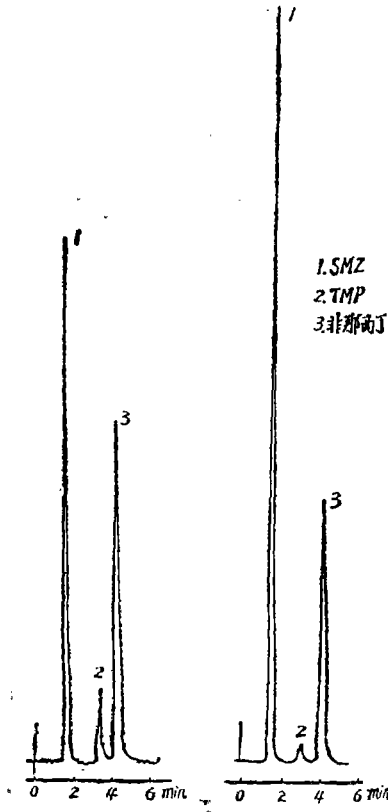


图2 波长240nm色谱图 波长254nm色谱图

2. 文献报道, 用反相高效液相色谱测定磺胺甲基异恶唑, 甲氧苄氨嘧啶, 选用的流动相有甲醇—磷酸盐缓冲液、乙腈—10%醋酸, 本实验采用甲醇—醋酸—氨水缓冲液 (pH=7), 配制极为方便, 分离所得的色谱峰又较理想。

3. 测定磺胺甲基异恶唑、甲氧苄氨嘧啶, 文献报道的内标有磺胺甲氧嗪、磺胺噻唑、磺胺脒、非那西丁 (美国药典采用)。在前述色谱条件下, 非那西丁为内标物, 保留时间适中, 且能与磺胺甲基异恶唑, 甲氧苄氨嘧啶完全分离开, 见图2 (1), 保留时间、磺胺甲基异恶唑1.60分、甲氧苄氨嘧啶3.38分、非那西丁 (内标) 4.23分。

4. 本文所拟订的方法, 选用国产填料 YWGC18 装填的色谱柱, 用非那西丁为内标, 线性关系, 回收率均好, 方法简便、快速、准确、适用复方新诺明片中磺胺甲基异恶唑、甲氧苄氨嘧啶的同时含量测定。

参 考 文 献

1. 中国药典 (二部), 299页, 1985
2. U. S. P 995页, 1985
3. Vree T. B et al; J. chromatogr, 146 (1978) 103~112

## 20%甘露醇注射液六种含量测定方法之比较

解放军第401医院 许自明 朱宝玉

**摘要** 通过对20%甘露醇注射液六种测定方法的研究和回收实验, 证实旋光 I 法和旋光 II 法差异不显著; 旋光 II 法、中国药典法和英国药典法较准确; 比重法、折光法误差较大, 但经设校正系数后, 与中国药典法测定结果基本一致, 故均可用于20%甘露醇注射液含量测定。实验还证实旋光法的测定结果不受加热和放置时间的影响, 故在实验操作时可略去加热和放置等步骤。

20%甘露醇注射液是临床常用输液之一, 其含量测定有多种, 中国与英国药典系

用高碘酸钠法, 医院则多采用折光法、旋光法和比重法作快速测定。高碘酸钠法结果准