

二阶导数UV法测定注射剂中的头孢哌酮钠和舒巴坦钠

卢晓阳 王临润 史美甫 (浙江医科大学附属第一医院, 杭州 310003)

摘要 报道了用二阶导数分光光度法测定注射剂中的头孢哌酮钠和舒巴坦钠的含量, 样品不经分离即可同时测定。头孢哌酮钠在272.6 nm、290 nm 处在 $8 \sim 32 \mu\text{g/ml}$ 浓度范围内与相应的振幅值呈良好的线性关系, 而舒巴坦钠在222.6 nm 处在 $8 \sim 32 \mu\text{g/ml}$ 浓度范围内与相应的振幅值呈良好的线性关系。头孢哌酮钠的平均回收率分别为100.3%和100.7%, 舒巴坦钠为99.72%。RSD 分别为0.47%、0.56%和0.52%。

关键词 二阶导数分光光度法 头孢哌酮钠 舒巴坦钠 含量测定

头孢哌酮钠为广谱第三代头孢菌素, 可抗革兰氏阳性和阴性菌, 舒巴坦钠为 β -内酰胺酶抑制剂。两者以1:1组成可增加头孢哌酮钠抗拒多种 β -内酰胺酶降解能力。本文建立了二阶导数光谱法同步测定注射剂中的头孢哌酮钠和舒巴坦钠, 方法简便、准

确、快速, 且不需分离。

1 仪器与试剂

U-2000, 紫外分光光度计 (HITACHI), 头孢哌酮钠对照品(批号 65835041, 大连辉瑞公司提供), 舒巴坦钠对照品(批号960807, 深圳海滨制药厂提供)。注射用舒普深粉针剂(大连辉瑞公司提

供)。

2 实验部分

2.1 二阶导数光谱参数: 波长范围200~300nm; 吸光度范围+0.037~-0.037; $\Delta\lambda$ 为2nm; 狭缝1nm; 扫描速度-快速800nm/min, DATA MODE: ABS, 横座标刻度7.5nm/cm。

2.2 贮备液: 取头孢哌酮钠对照品100mg, 精密称取, 置100ml容量瓶中, 以蒸馏水溶解并稀释至刻度, 作为贮备液I; 取舒巴坦钠对照品100mg, 精密称取, 置100ml容量瓶中, 用蒸馏水溶解并稀释至刻度作为贮备液II。

2.3 导数光谱的绘制: 取贮备液I, 以蒸馏水稀释成含头孢哌酮钠20 μ g/ml的溶液作为供试液(1); 取贮备液II, 以蒸馏水稀释成含舒巴坦钠20 μ g/ml的溶液, 作为供试液(2); 另取I和II配制头孢哌酮钠和舒巴坦钠浓度各为20 μ g/ml的混和液作为供试液(3), 以蒸馏水为参比, 分别在200~300nm绘制其零阶导数光谱和二阶导数光谱, 零阶光谱重叠, 不能直接测定, 二阶导数光谱具有特征, 头孢哌酮钠在272.6nm、290nm处有强吸收峰, 舒巴坦钠吸收度为零。而头孢哌酮钠在222.6nm处的零交点, 可作为舒巴坦钠的测定波长

2.4 标准曲线的绘制: 取贮备液I和II配制浓度为8~32 μ g/ml的系列溶液, 以水为参比, 依法绘制二阶导数光谱, 对头孢哌酮钠记录其在272.6nm、290nm处的振幅值, 与相应的浓度回归, 得在波长272.6nm处的回归方程: $D = 0.002144C + 0.002741$, $r = 0.9999$ ($n = 5$), 在290nm处回归方程: $D = 0.001050C + 0.001600$, $r = 0.9996$ ($n = 6$), 对舒巴坦钠记录其在222.6nm处的

振幅值, 与相应的浓度回归, 得回归方程: $D = 0.003617C + 0.001107$, $r = 0.9999$ ($n = 5$)。

2.5 回收率试验: 取头孢哌酮钠、舒巴坦钠对照品适量, 用生理盐水注射液定量稀释配制不同浓度的混合供试品五份, 分别测定二阶导数光谱图在272.6nm、290nm和222.6nm处的振幅值, 分别由各自的回归方程计算含量进而计算回收率。结果头孢哌酮钠在272.6nm、290nm处的平均回收率分别为100.3%和100.7%, RSD分别为0.47%和0.56%, 舒巴坦钠在222.6nm处的平均回收率为99.72%, RSD为0.52%。

3 样品测定

取注射用舒普深粉针(头孢哌酮钠/舒巴坦钠1:1组成)1.0克用100ml生理盐水溶解。精密量取此液2.00ml至50ml容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 再精密量取稀释液4.00ml至50ml容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 按前述方法测定二阶导数光谱图的272.6nm、290nm和222.6nm处的振幅值, 分别用各自的回归方程计算含量, 从而求出标示量的百分含量, 结果见表1。

表1 样品测定结果($n = 3$)

批号	头孢哌酮钠(%)		舒巴坦钠(%)
	272.6nm	290nm	222.6nm
65830006	100.8 $\pm$ 5.04	100.7 $\pm$ 1.20	99.80 $\pm$ 0.80
65839007	101.9 $\pm$ 0.46	101.5 $\pm$ 0.62	101.2 $\pm$ 0.54
65839009	101.7 $\pm$ 0.87	100.8 $\pm$ 0.75	100.6 $\pm$ 0.60