

## K 比例 H 点标准加入法测定复方磺胺甲噁唑片的含量

周 彤(南昌 330006 江西医学院)

**摘要** 目的:建立一种同时测定复方药物中多组分含量的分光光度法。方法:采用 K 比例 H 点标准加入法,不经分离直接测定复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑和甲氧苄啶的含量,选择 240nm 和 270nm 作为测定波长。结果:磺胺甲噁唑的线性范围 0~20ug/ml,平均回收率为 100.17%,RSD 为 0.74%;甲氧苄啶的线性范围 0~12ug/ml,平均回收率为 99.67%,RSD 为 1.21%。结论:该方法简便、快速、准确,适合于复方磺胺甲噁唑片的常规分析。

**关键词** K 比例;H 点标准加入法;磺胺甲噁唑;甲氧苄啶

### Determination of compound sulfamethoxazole tablets by K ratio H point standard addition method

Zhou Tong (Zhou T)(Jiangxi Medical College, Nanchang 330006)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To establish a method of spectrophotometry for simultaneously determination of multi-components in compound medicament. **METHOD:** K ratio H point standard addition method was used. 240nm and 270nm were chosen as their determination wavelengths. **RESULTS:** Linear range of sulfamethoxazole and trimethoprim were 0~20ug/ml and 0~12ug/ml respectively. The average recovery of sulfamethoxazole and trimethoprim were 100.17% (RSD=0.74%) and 99.67% (RSD=1.21%) respectively. **CONCLUSION:** The method was simple, rapid and accurate for routine analysis of compound sulfamethoxazole.

**KEY WORDS** K ratio, standard addition method, sulfamethoxazole, trimethoprim

传统的制剂分析方法须要将各成分分离后,分别测定,操作繁琐。化学计量学的发展,提供了许多以“数学分离”代替化学分离同时测定多组分的方法,使制剂分析程序大为简化。K 比例 H 点标准加入法在解决多组分体系的定量分析中已被证明是有效的分析方法<sup>[1,2]</sup>。本文采用该法不经分离直接测定复方磺胺甲噁唑片中两组分的含量,取得满意结果。

#### 1 方法原理

在二元混合物(组分为 x 和 y,浓度为  $C_x$  和  $C_y$ )体系中,将不同量已知浓度的 x 分别准确加入到一系列混合体系中,然后分别在  $\lambda_1$  和  $\lambda_2$  处测量其吸光度  $A_1$  和  $A_2$ ,根据朗伯—比尔定律可得:

$$A_1 = (E_{1x} C_x + E_{1y} C_y) + E_{1x} C_{\Delta x} \quad (1)$$

$$A_2 = (E_{2x} C_x + E_{2y} C_y) + E_{2x} C_{\Delta x} \quad (2)$$

式中  $E_{1x}$ 、 $E_{2x}$  和  $E_{1y}$ 、 $E_{2y}$  分别为组分 x 和 y 在  $\lambda_1$  和  $\lambda_2$  处的摩尔吸光系数,  $C_{\Delta x}$  为标准加入组分 x 的浓度。引入一常数 K,使  $K E_{2y} = E_{1y}$ ,则式(2)可变为:

$$A_3 = K A_2 = (K E_{2x} C_x + K E_{2y} C_y) + K E_{2x} C_{\Delta x} \quad (3)$$

将  $A_1$ 、 $A_3$  分别对  $C_{\Delta x}$  作图,得两条直线,在两直线交点处  $A_1 = A_2$ ,  $C_{\Delta x} = -C_H$ ,从方程(1)、(3)便可得:

$$C_H = C_x + \frac{E_{1y} - K E_{2y} C_y}{E_{1x} - K E_{2x}} \quad (4)$$

当  $E_{1y} = K E_{2y}$  时,  $C_H = C_x$ 。即组分 x 的浓度  $C_x$  对应于直线(1)与(3)的交点 H( $-C_H$ ,  $A_H$ )的横坐标的负值,交点处的纵坐标对应于组分 y 在波长  $\lambda_1$  下的吸光度(见图 1),即  $A_H = E_{1y} C_y$ ,将  $A_H$  值代入 y 的标准回归方程,便可求得  $C_y$  值。

#### 2 实验部分

##### 2.1 主要仪器与试剂

日立 U-2000 型双光束紫外可见分光光度计;同创 Pentium II 266 微机。

SMZ 对照品和 TMP 对照品均由中国药品生物制品检定所提供;复方磺胺甲噁唑片为市售;其他试剂均为分析纯。

##### 2.2 对照品溶液的配制

精密称取在 105℃ 干燥至恒重的 SMZ 对照品 50mg 和 TMP 对照品 10mg,分置 100ml 容量瓶中,各加适量乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

##### 2.3 实验方法

在一系列干燥比色管中,加入适量的 SMZ、TMP 混合溶液,然后分别加入不同量的标准 TMP 溶液,以 0.1mol/L NaOH 溶液稀释至刻度并摇匀。用 1cm 比色皿,以试剂空白为参比,在 230~300nm 范围内扫描,读取选定波长下的吸光度值。

#### 3 结果与讨论

江西省自然科学基金资助项目 010006

3.1 吸收光谱及波长的选择

按实验方法分别测得 SMZ、TMP 的吸收光谱,可见在 230 ~300nm 范围内两条谱线严重重叠。根据波长的选择原则<sup>[1]</sup>,结合 SMZ 和 TMP 的吸收光谱,实验选择  $\lambda_1 = 240\text{nm}$ ,  $\lambda_2 = 270\text{nm}$ 。

3.2 吸光度加和性及线性范围

配制 6 份 SMZ 和 TMP 浓度配比各不相同的标准混合液及相应浓度的各纯标准溶液,在选定的波长处,将标准混合溶液的吸光度与单组分溶液的吸光度加和值进行比较,结果表明,相对加和误差 < 5%。SMZ 和 TMP 分别在 0 ~ 20ug/ml 和 0 ~12ug/ml 范围内符合比尔定律。

3.3 K 值的测定

配制 8.0、10.0、12.0、14.0、16.0ug/ml SMZ 标准溶液,测定选定波长处的吸光度,按  $K = A_{240} / A_{270}$  计算,取平均值得  $K = 1.25$ 。

3.4 回收率试验

按处方比例,并考虑 20% 的波动范围配制模拟样品 9 份,按实验方法操作,结果见表 1。SMZ、TMP 的平均回收率分别为 100.17%、99.67%。回收率的相对标准偏差分别为 0.74%、1.21%。

表 1 回收率试验结果

| 试样号 | SMZ            |                |            | TMP            |                |            |
|-----|----------------|----------------|------------|----------------|----------------|------------|
|     | 加入量<br>(ug/ml) | 测得量<br>(ug/ml) | 回收率<br>(%) | 加入量<br>(ug/ml) | 测得量<br>(ug/ml) | 回收率<br>(%) |
| 1   | 10.00          | 10.02          | 100.20     | 1.90           | 1.87           | 98.42      |
| 2   | 11.00          | 10.97          | 99.73      | 2.20           | 2.18           | 99.09      |
| 3   | 12.00          | 11.93          | 99.42      | 2.60           | 2.59           | 99.62      |
| 4   | 10.00          | 9.98           | 99.80      | 2.20           | 2.22           | 100.91     |
| 5   | 11.00          | 11.13          | 101.18     | 2.60           | 2.64           | 101.54     |
| 6   | 12.00          | 12.01          | 100.08     | 1.90           | 1.88           | 98.95      |
| 7   | 10.00          | 9.91           | 99.10      | 2.60           | 2.58           | 99.23      |
| 8   | 11.00          | 11.10          | 100.91     | 1.90           | 1.92           | 101.05     |
| 9   | 12.00          | 12.13          | 101.08     | 2.20           | 2.16           | 98.18      |

3.5 样品测定

取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于 SMZ 50mg 与 TMP10mg),置 100ml 容量瓶中,加乙醇适量,振摇 15min,使 SMZ 与 TMP 溶解,加乙醇稀释至刻度,摇匀,过滤,精密吸取续滤液 2ml,置 100ml 容量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠稀释到刻度并摇匀,按实验方法操作,每个批号的样品平行测定 3 次,并与药典<sup>[3]</sup>法比较,结果列于表 2(括号内数值为 RSD)。

表 2 样品测定结果

| 批号     | 本法(标示量%)     |              | 药典法(标示量%) |        |
|--------|--------------|--------------|-----------|--------|
|        | SMZ          | TMP          | SMZ       | TMP    |
| 990421 | 100.31(0.91) | 98.74(1.24)  | 100.25    | 99.18  |
| 990516 | 99.58(0.63)  | 100.65(1.07) | 99.37     | 100.53 |
| 001103 | 100.25(0.78) | 99.36(0.92)  | 99.62     | 98.91  |

3.6 讨论

大多数药物在不同的介质中有不同的吸收曲线,介质选择不当很可能导致本法灵敏度下降或不能应用,SMZ 和 TMP 在碱性条件下的吸收光谱非常适合本法的应用。而在酸性条件下,SMZ 和 TMP 的吸收曲线相似,不能有效地提高测定灵敏度,故不宜选用。

参考文献

1 刘树深.灰色分析体系选择测定研究.分析科学学报,1996,12 (1):31.  
2 刘国民,赵杉林,王黎,等. K 比例 H 点标准加入法计算研究.分析化学,1998,26(9):1078.  
3 中国药典(二部)2000 年版. 518—519.

收稿日期:2002-01-21