

高效毛细管电泳法测定复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑和甲氧苄啶的含量

邱涵,陈素俭,叶飞云(厦门市药品检验所,福建 厦门 361012)

摘要:目的 测定复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑及甲氧苄啶的含量。方法 采用高效毛细管电泳法,肉桂酸为内标,运行缓冲液为 25 mmol·L⁻¹硼砂-硼酸缓冲液(pH9.2),内含 30 mmol·L⁻¹十二烷基磺酸钠及 10%乙腈;运行电压 20kV;检测波长 214nm。结果 磺胺甲噁唑和甲氧苄啶线性范围分别为 50~250μg/mL($r=0.9997$)和 10~50μg/mL($r=0.9986$),平均回收率分别为 99.0%和 98.6%,RSD 分别为 2.0%及 2.6%($n=6$)。结论 该方法简便、准确、灵敏,适用于复方磺胺甲噁唑片的质量控制。

关键词:高效毛细管电泳;磺胺甲噁唑;甲氧苄啶;复方磺胺甲噁唑片;肉桂酸

中图分类号:R917.105 文献标识码:A 文章编号:1007-7693(2003)01-0060-02

Determination of sulfamethoxazole and trimethoprim in compound sulfamethoxazole tablets by HPCE

QIU Han, CHEN Su-jian, YE Fei-yun (Xiamen Institute for Drug Control, Xiamen 361012, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To determine sulfamethoxazole and trimethoprim in sulfamethoxazole tablets (SMZ). **METHOD** An HPCE method is used. Cinna mic acid is used as internal standard with the running buffer of 25 mmol/L borax (pH9.2), containing 30 mmol/L SDS and 10% acetonitrile, the running voltage was 20KV, at the detection wavelength of 214nm. **RESULTS** The linear ranges of Sulfamethoxazole and Trimethoprim are 50~250 ug/mL ($r=0.9997$) and 10~50 ug/mL ($r=0.9986$), respectively. The average recoveries are 99.0% and 98.6%, respectively. RSD are 2.0% and 2.6% ($n=6$). **CONCLUSION** The method is simple, accurate and sensitive, and can be used for quality control of this preparation.

KEY WORDS:HPCE;SMZ; sulfamethoxazole; trimethoprim; cinna mic acid

复方磺胺甲噁唑片是常用抗菌药,主要由甲氧苄啶及磺胺甲噁唑组成,目前标准采用双波长分光光度法^[1]测定含量。曾报道测定法有荧光法^[2]、胶束薄层色谱法^[3]。毛细管电泳法是近年发展起来的分析方法,本实验采用胶束毛细管色谱(MECC)模式成功分离磺胺甲噁唑和甲氧苄啶,并以肉桂酸为内标进行定量分析,该方法快速、准确,结果令人满意。

1 仪器与试剂

BECKMAN P/ACE™ MDQ 系统毛细管电泳仪,熔融石英毛细管(50.2cm×75μm),有效长度为40cm(BECKMAN),紫外/可见检测器(BECKMAN),BECKMAN 工作站。复方磺胺甲噁唑片(市售),磺胺甲噁唑,甲氧苄啶对照品及肉桂酸内标(中国药品生物制品检定所,纯度均大于98%),所有化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 电泳条件

运行缓冲液:25 mmol/L 硼砂-硼酸液,其中含 30 mmol/L 十二烷基磺酸钠 SDS(pH9.2)及 10%乙腈;运行电压,20kV;检测波长,214nm,压力进样 3.5Kpa×5s。每次开机以用 0.1 mol/L 氢氧化钠冲洗 2 min,再用水冲洗 2 min,最后用运行缓冲液冲洗 5 min。2 次进样之间用运行缓冲液冲洗 2 min。

2.2 对照品溶液及内标溶液的配制

取磺胺甲噁唑和甲氧苄啶适量,精密称定,加甲醇溶解并稀释成每 1 mL 分别含磺胺甲噁唑 500μg 和甲氧苄啶 100μg 的对照品溶液。另取肉桂酸适量,加甲醇溶解并稀释成每 1 mL 含肉桂酸 500μg 的内标溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取磺胺甲噁唑片 20 片,研细,精密称取细粉适量(约分别相当磺胺甲噁唑 0.1g,甲氧苄啶 0.02g),置 100 mL 量瓶中,加甲醇 50 mL,超声溶解,加甲醇至刻度。过滤,取滤液 1 mL,精密加内标液 1 mL,用运行缓冲液稀释至 10 mL,作为供试品溶液。

2.4 线性范围

精密量取对照品溶液 1,2,3,4,5 mL,各置 10 mL 量瓶中,精密加内标溶液 1 mL,用运行缓冲液稀释至刻度,按选定的电泳条件进行测定,以对照品的浓度为横坐标,以对照品峰面积与内标峰面之比为纵坐标,计算回归方程。甲氧苄啶和磺胺甲噁唑的回归方程分别为: $Y = -0.0156 + 0.02484 X$ ($r=0.9998$)

$$Y = 0.04831 + 0.03315x \quad (r=0.9987)$$

结果显示,磺胺甲噁唑甲氧苄啶在 50~250μg/mL,甲氧苄啶在 10~50μg/mL 溶度范围内呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

取高、中、低 3 个浓度的样品溶液:分别含磺胺甲噁唑

120,100,50 μg/mL 和甲氧苄啶 24,20,10μg/mL,重复进样 3 次相对峰面积之比,日内精密度 RSD 在 2.7% 以内,日间精密度 RSD 在 3.3% 以内。

2.6 加样回收率 向已知含量的样品中加入对照品(磺胺甲噁唑 100 mg, 甲氧苄啶 20 mg),照样品测定方法进行分析,结果磺胺甲噁唑和甲氧苄啶平均回收率分别为 99.6% 和 98.2%,RSD 分别为 2.0% 和 2.6% ($n=6$)。

2.7 样品测定:按选定的方法测定 3 批样品。结果见表 1,样品电泳图谱见图 1。

表 1 样品测定结果(%)

Tab 1 Results of samples determination (%)

样品编号	磺胺甲噁唑		甲氧苄啶	
	双波长法	HPCE 法	双波长法	HPCE 法
1	101.0	103.6	102.7	101.6
2	98.7	102.1	101.6	99.2
3	102.0	99.8	99.1	98.3

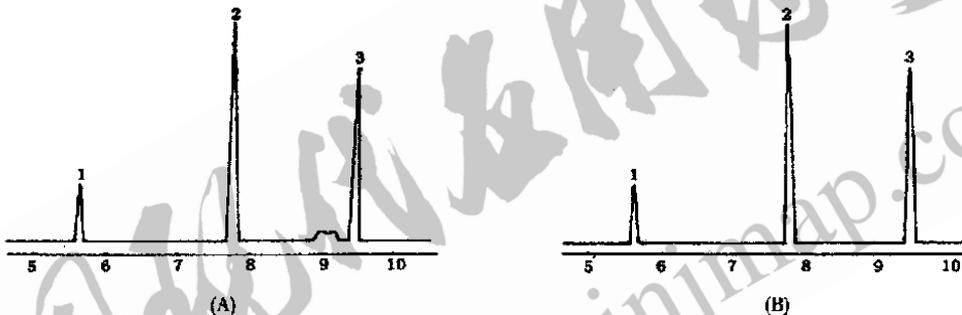


图 1 样品(A)和对照品(B)电泳图谱

Fig 1 Electrophoresis chromatograms of chemical reference substance (A) and sample (B)

1- 甲氧苄啶;2- 内标;3- 磺胺甲噁唑

1- Trimethoprim;2- internal standard;3- Sulfa methoxazole

3 讨论

3.1 磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑含量为甲氧苄啶的 5 倍。浓度太低影响甲氧苄啶的测定准确度和精密度,浓度太高磺胺甲噁唑的峰形会产生严重拖尾。含量测定时选择磺胺甲噁唑的浓度为 100 mg/L 较为适宜。

3.2 在本实验中加入 10% 乙腈可以有效地改善甲氧苄啶的峰形。

参考文献

[1] 中国药典 2000 年版.(二部)[M].2000:518.

[2] 庞志功,汪宝琪,赵俊杰,等.同步荧光法测定复方新诺明中磺胺甲噁唑和甲氧苄啶含量的研究[J].沈阳药科大学学报 2000,17(2):363.

[3] 米慕真,周密,宋红斌.复方磺胺甲噁唑片的胶束薄层色谱分析[J].沈阳药科大学学报 2000,17(2):121.

收稿日期:2001-11-18