

荧光法测定盐酸特拉唑嗪胶囊的含量

刘克江¹, 李素娣² (1. 深圳市药品检验所, 广东 深圳 518029; 2. 深圳职业技术学院 2004 届毕业生, 广东 深圳 518000)

摘要:目的 建立荧光法测定盐酸特拉唑嗪胶囊的含量。方法 以甲醇-水-盐酸(300:700:0.9)为溶剂, 激发波长为 253nm, 在发射波长 382nm 波长处测定荧光强度。结果 在 0.009~0.2 μg/mL 内, 线性关系良好($r=0.9997$), 平均回收率为 99.5%, RSD=0.9%。结论 本法操作简便、结果准确, 可用于本品的质量控制。

关键词: 荧光法; 盐酸特拉唑嗪; 含量

中图分类号: R917.740.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2005)06-0487-03

Determination of terazosin hydrochloride capsules by fluorescence spectroscopy

LIU Ke-jiang¹, LI Su-di² (1. Shenzhen Municipal Institute for Drug Control, Shenzhen 518029, China; 2. Shenzhen Polytechnic Graduate of 2004, Shenzhen 518000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a fluorescence spectroscopy method for the determination of terazosin hydrochloride capsules. **METHODS** The solvent was methanol-water-hydrochloric acid(300:700:0.9). The fluorescent strength was detected at excitation wavelength of 253nm, and emission wavelength of 382nm. **RESULTS** In the range of concentration(0.009 μg/mL ~ 0.2 μg/mL), the linearity was excellent(0.9997), and the average recoveries was 99.5%, RSD=0.9%. **CONCLUSION** The method is simple, accurate. It can be used as quality control of terazosin hydrochloride capsules.

KEY WORDS: fluorescence spectroscopy; Terazosin hydrochloride; content

盐酸特拉唑嗪(terazosin hydrochloride)是一种 α_1 -肾上腺素能受体阻断剂, 临床上用于治疗高血压症及良性前列腺增

生症。目前其含量测定方法多采用紫外分光光度法^[1]及高效液相色谱法^[2], 而用荧光分光光度法测定含量笔者未见报

道。本实验利用盐酸特拉唑嗪的内源性荧光,以甲醇-水-盐酸(300:700:0.9)为溶剂,激发波长(λ_{ex})为 253nm 和发射波长(λ_{em})为 382nm 测定溶液的荧光强度并进行定量。本法操作简便、结果准确,可用于本品的质量控制。

1 仪器与试药

日本岛津 RF-5000 荧光分光光度计;盐酸特拉唑嗪对照品;中国药品生物制品检定所提供(含量 99.11%);盐酸特拉唑嗪胶囊;扬子江制药股份有限公司生产;所用试剂:水为超纯水,甲醇为色谱纯,盐酸为分析纯;溶剂:甲醇-水-盐酸(300:700:0.9)。

2 荧光测定条件的选择

2.1 确定激发波长和发射波长

精密称取盐酸特拉唑嗪对照品 10.37mg,置 500mL 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀;再精密吸取 2mL 置 500mL 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,作为测定液,分别扫描激发光谱和发射光谱,结果最大激发波长为 $\lambda_{ex} = 253nm$,最大发射波长为 $\lambda_{em} = 382nm$,见图 1。

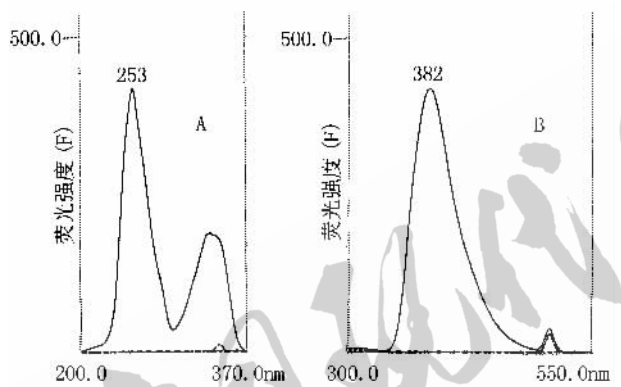


图 1 A,B 为盐酸特拉唑嗪的激发和发射的荧光光谱,-----为空白溶剂

Fig 1 A,B: excitation/emission spectrum of Terazosin Hydrochloride,-----: a blank solution

2.2 狭缝的选择

取上述测定液, λ_{ex} 为 253nm, λ_{em} 为 382nm,在狭缝为 1.5,3,5,10nm 分别测其荧光强度,激发和发射波长的狭缝均在 5nm 时最佳,在此条件下测得的荧光强度:空白溶剂约为 2,测定液约为 410。

2.3 荧光稳定性试验

取上述对照品溶液,在室温下放置 0.5,1.0,2.5,3.0h 测定其荧光强度,结果荧光强度基本不变。

3 方法与结果

3.1 工作曲线的制备

精密称取盐酸特拉唑嗪对照品 10.06mg,置 1 000mL 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀;量取 0.1,0.2,0.3,0.4,0.5,0.6,0.7,0.8,0.9,1.0,1.3,1.6,1.8,2.0mL 分别置 100mL 的量瓶中,用溶剂稀释成浓度为 0.00997~0.1994 $\mu g/mL$ 的溶液,照上述条件测定荧光强度,以荧光强度(F)为纵坐标,浓度(C)为横坐标绘制标准曲线,结果见图 2,回归方程为 $F = 4837.6C + 12.9, r = 0.9997 (n = 14)$,结果表明:盐酸

特拉唑嗪在所测浓度范围内荧光强度与浓度的线性关系良好。

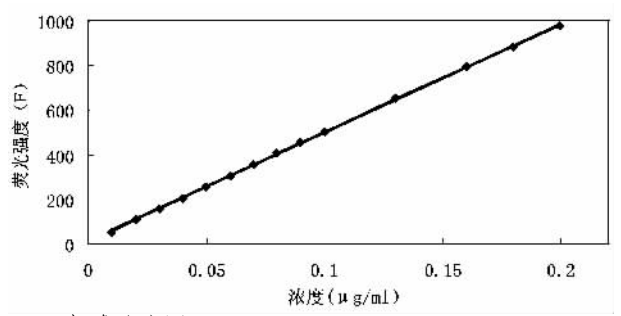


图 2 标准曲线图

Fig 2 Standard curve of solution concentration and fluorescent strength

3.2 回收率及稳定性试验

取盐酸特拉唑嗪约 10mg,精密称定 5 份,分别加入处方的各种辅料,按“3.6”项下测定方法分别进行测定并计算,平均回收率为 99.5%,RSD = 0.9%;隔日另新配制对照品溶液进行再次测定,结果平均回收率为 99.1%,与日内测定的结果相差 0.4%,样品溶液基本稳定,结果见表 1。

表 1 回收率与稳定性试验

序号	加入量 (mg)	日内		日间		平均回收率 及 RSD(%)
		测定量 (mg)	回收率 (%)	测定量 (mg)	回收率 (%)	
1	10.71	10.67	99.6	10.56	98.6	99.5
2	10.36	10.19	98.3	10.29	99.3	0.9(日内)
3	10.71	10.66	99.4	10.41	97.2	99.1
4	10.53	10.62	100.8	10.52	99.9	1.3(日间)
5	10.06	10.00	99.4	10.11	100.5	

3.3 空白试验

按处方量称取约相当于盐酸特拉唑嗪 10mg 的各种辅料,按 3.6 项下测定方法测定荧光强度,结果与空白溶剂的荧光强度基本相同,表明辅料对样品的测定无干扰。

3.4 精密度试验

取含量测定项下的同一样品溶液,按“3.6”项下测定方法测定荧光强度 6 次,其 RSD = 0.8%($n = 6$)。

3.5 重现性试验

取同一批号(030913)样品 6 份,按“3.6”项下测定方法测定含量,结果平均含量为 103.4%,RSD = 1.0%($n = 6$)。

3.6 样品测定

取样品 20 粒,精密称定内容物总重,研细混匀,精密称取适量(约相当于盐酸特拉唑嗪 10mg),置 500mL 量瓶中,加溶剂适量溶解,加溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液;精密量取续滤液 2mL,置 500mL 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,以 λ_{ex} 为 253nm, λ_{em} 为 382nm 测定荧光强度;另取盐酸特拉唑嗪对照品约 10mg,同法测定。按下列公式计算,即得。

含量 = $\frac{Ci \times \text{平均装量} \times \text{稀释倍数}}{\text{取样量} \times \text{标示量}} \times 100\%$

$$C_i = \frac{R_i - R_b}{R_r - R_b} \times C_r$$

注: C_i 为样品溶液的浓度; C_r 为对照品溶液的浓度; R_i 为样品溶液的荧光强度; R_r 为对照品溶液的荧光强度; R_b 为空白溶剂的荧光强度。

按拟定的含量测定方法,测定了 3 批盐酸特拉唑嗪胶囊的含量,结果见表 2。

表 2 样品测定结果(标示量%)

Tab 2 Determination results of samples (the labeled amount%)

批号	荧光法(%)	HPLC 法(%)
030913	103.4	103.8
03110501	99.5	100.8
20030120	100.0	100.5

4 讨论

4.1 比较了不同浓度的盐酸液、甲醇和甲醇-水-盐酸不同比例的混合液作为溶剂,结果用甲醇-水-盐酸(300:700:0.9)作为溶剂既能使样品易于溶解,又能使样品在此溶液中保持稳定。

4.2 根据盐酸特拉唑嗪的内源荧光测定其荧光强度,该方法与高效液相色谱法测量结果相比较,基本一致。本法用甲醇-水-盐酸(300:700:0.9)作为溶剂,测定盐酸特拉唑嗪胶囊的含量,具有用量少、荧光强度稳定,操作方便,重现性好,灵敏度高等优点,也可作为含量测定的一种常规方法。

参考文献

- [1] 刘玉真. 盐酸特拉唑嗪的含量测定及含量均匀度检查. 药物分析杂志. 1993,13(6):197.
- [2] 国药局药品标准. WS₁-(X-088)-2003Z

收稿日期:2004-05-11