

薄层色谱扫描法同时测定增效联磺片中 三组分含量的研究*

冯彦琳 张生万 张有贤 申晓红**

(山西大学化学系 太原 030006)

摘要 提出了增效联磺片中磺胺甲基异噁唑(SMZ)、磺胺嘧啶(SD)及甲氧苄胺嘧啶(TMP)三组分薄层色谱同时测定的新方法。该法以水饱和的乙酸乙酯-氯仿(2:1)的混合溶剂为展开剂,在硅胶GF₂₅₄板上将被测各组分分离后,直接进行薄层色谱扫描测定,操作简便、快速,灵敏度高,重现性好。

关键词 薄层色谱,磺胺甲基异噁唑,磺胺嘧啶,甲氧苄胺嘧啶,增效剂片剂,成分分析

1 前言

增效联磺片是磺胺甲基异噁唑(SMZ)、磺胺嘧啶(SD)、甲氧苄胺嘧啶(TMP)的复方制剂,广泛用于脑膜炎、呼吸道和尿道感染,疖肿及败血症等的治疗。其片剂的含量测定,各省药品标准多用亚硝酸钠法^[1]测定SMZ和SD的磺胺总量,用提取分光光度法测定TMP的含量,操作繁琐费时。近来有文献报道系数倍率法^[2]、卡尔曼滤波分光光度法^[3]、岭回归分析法^[4]、高效液相色谱法^[5]等测定方法。本文采用薄层色谱扫描法同时测定SMZ、SD和TMP含量,操作简便、快速,灵敏度高,重现性好。该法对市售成药进行分析,结果与药典法比较,获得满意结果。

2 实验部分

2.1 主要仪器及试剂

日本岛津CS-930薄层色谱扫描仪,毛细管定量点样器;硅胶板GF₂₅₄(青岛海洋化工厂);标准品SD(中国药品生物制品检定所),SMZ,TMP(太原制药厂),并分别以乙醇为溶剂配成80μg/mL,80μg/mL和30μg/mL标准溶液冷藏备用。增效联磺片A(北京制药厂),B(太原红星制药厂)。其它试剂均为分析纯。

2.2 测定方法

用10μL微量定量点样管分别将SMZ,SD,TMP标准溶液和样品溶液各三点,点于同一硅胶GF₂₅₄板上,以水饱和的乙酸乙酯-氯仿(2:1)为展开剂上行展开。展距达8cm时,取出硅胶板,放置

30min使展开剂完全挥发。然后将其于薄层色谱仪上,在狭缝1.2×1.2mm,灵敏度中等,扫描截距0.2mm,摆动幅度10.0mm,测定波长λ_{TMP}285nm,λ_{SD}275nm,λ_{SMZ}265nm条件下,以单波长反射锯齿扫描,取三点平均值,外标一点法定量测定。

3 结果与讨论

3.1 分离条件及测定波长的选择

曾用乙酸乙酯-氯仿、四氯化碳-苯、乙醇等十余种单一或混合展开剂,对标样、混合标样及试样进行薄层分离试验,结果表明以水饱和的乙酸乙酯-氯仿(2:1)混合展开剂,分离效果最佳。试样各组分与相应标样R_f值完全一致,TMP,SD,SMZ的R_f值分别为0.04,0.43,0.67,故选用乙酸乙酯-氯仿混合溶剂为展开剂。对展开后的试样和标样各斑点分别进行原位紫外光谱扫描,结果见图1。由图1可见分离后试样各组分与相应标样的峰形和最大吸收完全一致。同时还看到各组分均有两个最大吸收。实验表明以长波区最大吸收为测定波长,各组分的稳定性均优于短波区。本文选用λ_{TMP}285nm,λ_{SD}275nm,λ_{SMZ}265nm为测定波长。对上述各斑点固定波长285nm进行色谱扫描,结果如图2所示。分离结果十分满意。

3.2 稳定性实验

按实验方法将试样展开并每隔5min进行一次扫描测定,以面积A对时间t作图,得图3。从图3可知,待展开剂完全挥发约30min后各组分测定值在24h内均恒定。

* 山西省自然科学基金资助项目 * * 1988级本科毕业生
本文收稿日期:1993年10月23日,修回日期:1994年1月26日

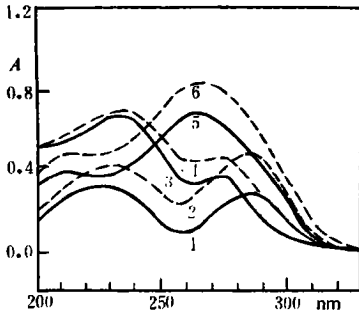


图 1 增效联磺片中各组分的紫外吸收光谱

1. TMP 样品, 2. TMP 标准, 3. SD 样品, 4. SD 标准, 5. SMZ 样品, 6. SMZ 标准。

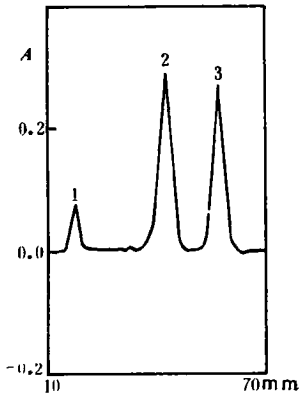


图 2 增效联磺片 TLC 图

1. TMP, 2. SD, 3. SMZ。

3.3 线性范围

将不同量的 SMZ, SD, TMP 标样分别点于薄层板上, 按实验方法展开定量测定, 以点样量 (W) 对积分面积 (A) 进行线性回归, 得各组回归方程如下:

$$A_{SMZ} = 0.2690 W_{SMZ} + 0.03299$$

$$(W_{SMZ} = 0.5 \sim 4.5 \mu\text{g}, \gamma = 0.9998),$$

$$A_{SD} = 0.2419 W_{SD} + 0.01873$$

$$(W_{SD} = 0.5 \sim 4.5 \mu\text{g}, \gamma = 0.9993),$$

$$A_{TMP} = 1.659 W_{TMP} + 0.06765$$

$$(W_{TMP} = 0.04 \sim 0.65 \mu\text{g}, \gamma = 0.9997),$$

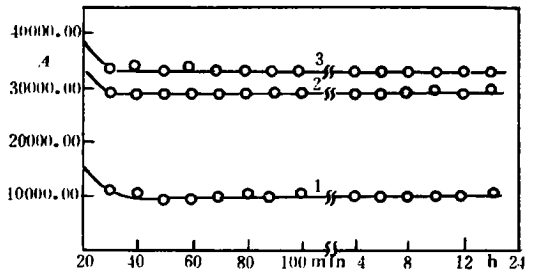


图 3 峰面积与测定时间关系图

1. TMP, 2. SD, 3. SMZ。

3.4 试样测定

取样品 A, B 片剂各 20 片, 分别研细过 200 目筛, 准确称取适量 (约 20mg) 样品, 用乙醇充分溶解, 全部转入 100mL 容量瓶中稀释至刻度, 干过滤, 弃去初滤液, 续滤液按测定方法进行展开测定, 其测定结果与文献方法测定结果列入表 1 中。由表 1 可见该法测定结果较满意。

表 1 试样含量测定结果

样品	组分	文献值	本 法						
			测定值			平均值	标准差		
A	SMZ	396.84*	201.06	199.91	201.31	200.88	201.64	200.96	0.65
	SD		197.06	196.84	197.49	196.90	198.01	197.26	0.49
	TMP		78.34**	79.15	78.80	79.01	78.40	79.14	78.90
B	SMZ	410.00*	215.70	214.94	216.06	215.82	214.48	215.40	0.66
	SD		196.54	195.86	197.10	196.10	195.90	196.30	0.52
	TMP		76.78**	77.10	77.62	78.20	77.07	76.91	77.38

* 亚硝酸钠法 3 次测定 SMZ 和 SD 总量的平均值, ** 提取分光光度法 3 次测定 TMP 含量的平均值。

3.5 回收率测定

用已知含量的样品配制成试样, 在定容前定量加入 SMZ, SD, TMP 标准溶液按试样测定方法测

定, 结果见表 2。可见回收率在 98.4~100.4% 之间, 说明结果较满意。

表 2 回收率测定结果

加入样	加入量 (μg)	回收量 (μg)		回收率 (%)		平均回收 率(%)	标准差
SMZ	0.26	0.264	0.262	101.5	100.8	100.4	0.99
		0.258	0.260	99.2	100.0		
	2.57	2.53	2.58	98.4	100.4	99.2	0.86
		2.54	2.55	98.8	99.2		
SD	0.17	0.172	0.170	101.2	100.0	99.9	1.02
		0.169	0.168	99.4	98.8		
	1.74	1.68	1.72	97.1	98.9	98.4	1.68
		1.70	1.75	97.1	100.6		
TMP	0.22	0.219	0.220	99.5	100.0	99.0	1.18
		0.214	0.218	97.3	99.1		

参 考 文 献

- 1 山西省卫生厅. 山西省药品标准. 1990;451
- 2 姚桎棟, 相秉仁. 药物分析杂志, 1988;8(2):97
- 3 王占文, 邹巧根, 陆晓平. 中国药学杂志, 1989;24(11):
- 4 周 密, 洪福山, 尹 荃等. 沈阳药学报, 1990;7(2):
139
- 5 李太平. 药物分析杂志, 1989;9(1):39

Simultaneous Determination of Three Components of Trimethoprim-Sulfadiazine-Sulfamethoxazole Tablets by Thin-Layer Chromatography Scanning

Feng Yanling, Zhang Shengwan, Zhang Youxian and Shen Xiaohong

(Department of Chemistry, Shanxi University, Taiyuan, 030006)

A new thin-layer chromatographic scanning method was established for the simultaneous determination of three components of trimethoprim (TMP)-sulfadiazine (SD)-sulfamethoxazole (SMZ) tablets after development with 33% chloroform in water saturated ethyl acetate as a developing solvent on silica GF₂₅₄ plate. The method is simple, rapid, sensitive and reproducible.

Key words thin-layer chromatography, trimethoprim, sulfadiazine, sulfamethoxazole, synergist tablet, components analysis

敬 告 读 者

欲订购 1995 年《色谱》杂志的用户请到当地邮局订阅(本刊代号:8—43),每期定价 4.50 元,全年六期 27 元。有的省市地区期刊订购目录可能会有遗漏,请不要怀疑,本刊仍由邮局发行,订购时务必写明代号 8—43。

未在邮局订到《色谱》的用户可向《色谱》编辑部补订,补订办法与 1994 年相同(详见 1994 年第 1 期 52 页,第 3 期 199 页,第 4 期 272 页)。

《色谱》编辑部