

Fe^{2+} -邻菲罗啉分光光度法测定 针剂中头孢他啶^①

房婷婷^② 沙 鸥^a

(江苏南京东南大学成贤学院化工与制药系 南京市浦口区泰山新村东大路 6 号 210088)

^a(江苏淮海工学院化学工程学院 江苏省连云港新浦区苍梧路 59 号 222005)

摘 要 基于头孢他啶将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} , 生成的 Fe^{2+} 与邻菲罗啉形成红色配合物, 建立了 Fe^{2+} -邻菲罗啉分光光度法测定头孢他啶的新方法, 头孢他啶标准溶液浓度在 $0.4\text{--}10\text{ mg/L}$ 范围内与吸光度呈线性关系, 线性回归方程为 $\Delta A = 0.1008C(\text{mg/L}) + 0.07789$, 线性相关系数 $r = 0.9970$ 。该法用于针剂中头孢他啶的含量分析, 结果满意。

关键词 分光光度法; 头孢他啶; 邻菲罗啉

中图分类号: O 657. 32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2010)02-0630-03

1 引言

头孢他啶(Ceftazidime, 头孢噻甲羧肟)是半合成的广谱头孢菌素, 属第三代头孢类抗生素, 目前国内外测定头孢他啶含量的主要方法多采用高效液相色谱法、毛细管区带电泳法和流动注射化学发光法等^[1-4]。而利用 Fe^{2+} -邻菲罗啉可见光度法测定头孢他啶含量的方法未见报道, 本文利用在 pH 6.0 的 Clark-lubs 缓冲溶液中头孢他啶能定量还原 Fe^{3+} 为 Fe^{2+} , Fe^{2+} 与邻菲罗啉形成红色配合物^[5,6], 从而建立了测定头孢他啶的新方法。该法操作简便, 用于药剂中头孢他啶的测定, 结果满意。

2 实验部分

2.1 仪器及试剂

752 型分光光度计(上海精密科学仪器有限公司); 头孢他啶标准溶液(中国药品生物制品检定所, 含量为 97.6%); 储备液: 浓度 500 mg/L , 临时使用时逐级稀释; 500 mg/mL 的 Fe^{3+} 溶液(铁铵矾配制); 1.9826 g/L 的邻菲罗啉溶液(Phen); 10 g/L 的 NaF 溶液; pH 1.0—10.0 的 Clark-lubs 缓冲溶液。

2.2 实验方法

准确移取一定量 50 mg/L 的头孢他啶标准溶液于 10 mL 比色管中, 加入 3.00 mL Fe^{3+} 溶液, 将比色管置于 100°C 的恒温水浴锅加热 70 min , 取出后迅速流水冷却, 依次准确加入 1.50 mL 邻菲罗啉溶液、 2.00 mL pH 6.0 的 Clark-lubs 缓冲液和 1.00 mL 10 g/L NaF 溶液, 蒸馏水定容至刻度, 充分摇匀, 静置 5 min 后以试剂空白为参比, 用 1 cm 玻璃比色皿于 510 nm 处测定其吸光度。

① 淮海工学院自然科学研究课题资助项目(Na Z2007045)

② 联系人, 手机: (0)15850758976; Email: wsfitt@126.com

作者简介: 房婷婷(1984—), 女, 江苏省兴化市人, 助理实验师, 主要研究方向: 药物分析。

收稿日期: 2009-07-20; 接受日期: 2009-08-17

3 结果与讨论

3.1 测定波长的选择

以水为参比,测定头孢他啶试液与空白试液的吸收光谱,测定结果见图1,由图1可见,加入头孢他啶后,由于其与 Fe^{3+} 反应生成的 Fe^{2+} 能与邻菲罗啉生成红色的配合物,该配合物在 510nm 处有最大吸收,因此选择 510nm 为测定波长。

3.2 pH 影响及用量选择

按实验项,分别用 pH 为 1—10 的 Clark-lubs 缓冲液溶液进行实验,结果表明: pH < 4 时,由于头孢他啶与 Fe^{3+} 之间的氧化还原反应是产酸反应,使邻菲罗啉质子化,不利于其参加配位; pH > 9.0 时,由于 Fe^{3+} 的水解效应不利于定量还原,使吸光度下降,而当 pH 值在 4.0—9.0 范围内吸光度较大且稳定,故本文选用 pH 为 6.0 的 Clark-lubs 缓冲液溶液控制反应酸度,且缓冲液用量为 1.50—3.50mL 时体系吸光度最大且稳定,故选择 pH 6.0 的 Clark-lubs 缓冲溶液用量 2.00mL。

3.3 加热时间与放置时间选择

将溶液置于沸水浴中加热,分别加热 20、40、50、60、70、80、90、100min 后取出,用流水冷却至室温,按分析步骤测其吸光度。实验结果表明,水浴加热 70min 后吸光度最大且体系吸光度稳定,故本研究选用加热时间为 70min。流水冷却后,待测试液在 30min 内,邻菲罗啉与 Fe^{3+} 反应不影响 Fe^{2+} 的配合物吸光度测定,本实验选择放置时间为 5min。

3.4 试剂用量选择

按实验方法考察了各试剂用量影响,结果表明,当 Fe^{3+} 和邻菲罗啉溶液用量分别为 1.50—4.00mL 和 1.25—3.00mL 时,体系吸光度较大且稳定,故选用 50mg/L Fe^{3+} 溶液用量为 3.00mL, 1.9826g/L 邻菲罗啉溶液用量为 1.50mL。由于 Fe^{3+} 与邻菲罗啉形成的配合物会因缓慢的光还原作用转变为 Fe^{2+} ,对体系有干扰,使测定结果偏高,故本文选用 10g/L NaF 溶液 1.00mL 掩蔽剩余的 Fe^{3+} 。

3.5 校准曲线的绘制

准确移取 0.10、0.25、0.50、0.75、1.00、1.25、1.50、1.75、2.00、2.25 和 2.50mL 的 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的头孢他啶标准溶液于 10mL 比色管中,按试验方法项,依次测定其吸光度,并绘制校准曲线,实验结果表明,头孢他啶标准溶液浓度在 0.4—10mg/L 范围内与吸光度呈线性关系,线性回归方程为 $\Delta A = 0.1008C (\text{mg}/\text{L}) + 0.07789$, 线性相关系数 $r = 0.9970$, 表观摩尔吸光系数 $\epsilon = 5.498 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

3.6 干扰实验

在本实验条件下,控制测量误差在 $\pm 5\%$ 以内,固定头孢他啶的用量为 5mg/L,考察常见离子对测定的影响。结果表明: 500 倍的 K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Cl^- , SO_4^{2-} , Br^- , NO_3^- ; 300 倍的淀粉; 250 倍的 Zn^{2+} , Mg^{2+} , 糊精, 果糖; 60 倍的蔗糖, 山梨醇, 乳糖; 10 倍的 Ca^{2+} , Ni^{2+} , 半乳糖, 葡萄糖等以上物质均不干扰测定。

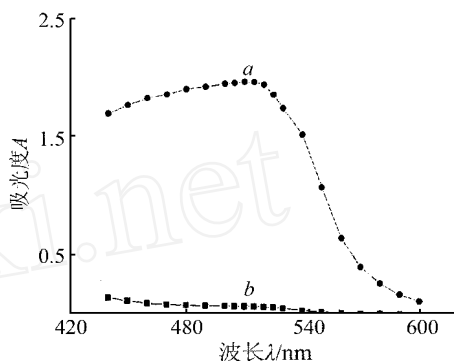


图1 吸收曲线

a——头孢他啶+ Fe^{3+} + 邻菲罗啉;
b—— Fe^{3+} + 邻菲罗啉。

3.7 样品测定

称取某厂家不同批次头孢他啶针剂各 20mg, 用水溶解并定容于 100mL 容量瓶中, 置冰箱中 4℃ 下保存。使用时稀释 10 倍, 准确移取 1.00mL 该溶液按实验方法测定其含量并用对照品进行回收率实验, 同时与 HPLC 法测定值进行比较, 针剂中头孢他啶含量及待测试液中头孢他啶含量测定结果见表 1。

表 1 样品分析结果

(n = 10)

样品	样品批次	本法 (mg/g)	HPLC 法 (mg/g)	初始值 (mg)	加入值 (mg)	测定值 (mg)	回收率 (%)	RSD (%)
1	080623	965.3	964.0	19.31	10.00	29.08	99.2	1.0
2	080703	957.7	958.6	19.15	10.00	29.00	99.5	0.97
3	081026	976.5	974.8	19.53	10.00	29.68	100.5	1.2

由表 1 可知, 该法用于针剂中头孢他啶的含量分析, 测定结果与 HPLC 法测定结果误差在 5% 以内。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 170.
- [2] 方娟娟, 余卫平, 邢艳霞等. 高效液相色谱法测定人血清中头孢他啶的浓度[J]. 东南大学学报(医学版), 2004, 23(6): 388—390.
- [3] 郭丹, 陈娜娜, 晏媛等. 高效毛细管电泳法测定血清中头孢他啶的含量[J]. 广东药学院学报, 2004, 20(1): 14—15.
- [4] 周杰, 屈凌波, 李建军等. 流动注射化学发光法测定头孢他啶粉针剂的含量[J]. 光谱实验室, 2004, 21(3): 566—568.
- [5] 符连社, 任英. 铁(III)-邻菲罗啉体系流动注射分光光度法测定药品中抗坏血酸[J]. 分析化学, 1992, 20(2): 95.
- [6] 张玉忠, 方宾. 铁(III)-邻菲罗啉分光光度法测定药品中的头孢氨苄[J]. 安徽师大学报, 1996, 19(4): 367—369.

Spectrophotometric Determination of Cefazidime Using Iron (II) - Phenanthroline System

FANG Ting-Ting^a SHA Ou^a

(Department of Chemical Engineering and Pharmaceutics, Chengxian College, Southeast University, Nanjing 210088, P. R. China)

^a(School of Chemical Engineering, Huaihai Institute of Technology, Lianyungang, Jiangsu 222005, P. R. China)

Abstract A new spectrophotometric method for determination of ceftazidime was developed based on Fe^{3+} as the oxidizer of ceftazidime and phenanthroline as the coloring reagent of Fe^{2+} which was produced from Fe^{3+} . Under the optimum conditions, the relationship between the absorbance and the concentration of ceftazidime was linear in the range of 0.4—10 mg/L, the regression equation was $\Delta A = 0.1008C(\text{mg/L}) + 0.07789$, the correlation coefficient was 0.9970. The proposed methods have been applied to the determination of ceftazidime content in samples with satisfactory results.

Key words Spectrophotometry; Cefazidime; Phenanthroline