

草苷和内标,其他杂峰分离度不佳,峰形展宽;当甲醇的浓度为50%时,积雪草苷的峰形好;当甲醇浓度再高时,保留时间明显延长。故本文选择50%甲醇溶液作为硼砂缓冲液的溶剂。考察了背景电解质溶液的pH值(8.0~9.3)对分离的影响。当pH>9.1时,样品与内标的分离度较差;当pH<9.1时,所有峰位前移,分离度变差,柱效降低。选择pH为9.1作为最佳pH值。温度对迁移的时间不大,分离电压以27 kV为佳。

[参考文献]

[1] Shukla A, Rasik AM, Jain GK, et al. In vitro and in vivo wound healing activity of asiaticoside isolated from *Centella asiatica*

[J]. *J Ethnopharmacol*, 1999, 65: 1-11.

[2] 陈瑶,秦路平,郑汉臣,等.积雪草总苷对抑郁症大鼠神经内分泌功能的影响[J].第二军医大学学报,2002,23(11):1224-1226.

[3] 肖隽,车镇涛,毕开顺.柱前衍生化HPLC法测定积雪草及三金片中积雪草苷的含量[J].药科学报,2000,35(8):605-608.

[4] 曾建国,宋云飞,侯团章,等.HPLC法测定积雪草中三萜类化合物的含量[J].基层中药杂志,2000,14(6):7-8.

[5] 林炳承.毛细管电泳导论[M].北京:科学出版社,1996.196-198.

[收稿日期] 2003-12-29

[修回日期] 2004-04-12

[本文编辑] 尹茶

· 实验研究 ·

褶合光谱-标准加入法测定复方磺胺甲噁唑片剂中SMZ和TMP

Determination of sulfamethoxazole and trimethoprim in sulfamethoxazole tablet by convolution spectrum standard addition method

闻俊,陆峰,殷学平*(第二军医大学药学院药物分析学教研室,上海200433)

[摘要] 目的:探讨褶合光谱-标准加入法测定复方磺胺甲噁唑片剂中磺胺甲噁唑(SMZ)和甲氧苄啶(TMP)含量的可操作性和准确性。方法:采用TMP标准加入法,用紫外可见分光光度计采集吸收度信息,通过褶合光谱程序双组分定量分析系统计算出SMZ与TMP含量。结果:SMZ、TMP平均回收率分别为100.42%、96.83%,RSD值为0.37%和2.55%。结论:对于处方比例悬殊且紫外光谱吸收强度差异大的双组分药物,在确定最佳标准加入量后,采用褶合光谱法可以不经分离同时测定。

[关键词] 复方磺胺甲噁唑;磺胺甲噁唑;甲氧苄啶;标准加入法;褶合光谱法

[中图分类号] R 978.2

[文献标识码] B

[文章编号] 0258-879X(2004)07-0797-01

复方磺胺甲噁唑是临床常用的抗菌消炎药物,内含磺胺甲噁唑(SMZ)和甲氧苄啶(TMP)两个组分。《中国药典(2000版)》^[1]采用等吸收双波长消去法分别在两种溶剂里测定其两个组分的含量,操作较为烦琐。本研究运用褶合光谱法^[2,3]结合标准加入法,在同一种溶剂中不经分离同时测定SMZ和TMP的含量,操作简单,结果准确。

1 材料和方法

1.1 仪器和试剂 Cary100紫外可见分光光度计(Varian公司);褶合光谱分析系统(第二军医大学研制);SMZ、TMP对照品(取自上海新亚闵行药厂);复方磺胺甲噁唑片剂(样品1)由上海利生制药厂生产,批号:001252;自制样品(样品2)按处方比例混合原料药配制。所有试剂均为分析纯。

1.2 溶液配制 精密称定SMZ 100 mg, TMP 40 mg,分别用无水乙醇溶解并定容于100 ml容量瓶,配成对照品贮备液。精密量取适量对照品贮备液用0.1 mol/L NaOH定容于50 ml容量瓶中,配成对照品液。按SMZ与TMP的处方比例配制5份不同浓度的模拟样品,其浓度范围控制在处方比例的±10%之内,并且标准加入TMP适量。精密称定5片复方磺胺甲噁唑片剂,研细,然后精密称取相当于SMZ 100 mg、TMP 20 mg的片粉适量,用无水乙醇溶解并定容于100

ml容量瓶,配成样品贮备液。取出适量样品母液用滤纸过滤,精密量取其续滤液0.50 ml,并准确加入0.50 ml TMP对照品贮备液,用0.1 mol/L NaOH定容于50 ml容量瓶,使其SMZ为10 μg/ml, TMP为6 μg/ml。

1.3 样品测定 以0.1 mol/L NaOH溶液为空白,用紫外可见分光光度计分别采集230~330 nm(间隔1 nm)区间内的对照品溶液、模拟样品液及样品溶液的吸光度数据,用褶合光谱双组分分析系统处理。

2 结果

2.1 模拟样品回收率 褶合光谱双组分分析系统可根据模拟样品回收率与RSD的结果,自动寻找最佳测试条件为:SMZ, $N = 22$, $J = 1$, $W_m = 251$; TMP, $N = 25$, $J = 4$, $W_m = 241$ (N 为褶合的点数, J 为褶合的阶数, W_m 为平均波长)。

2.2 样品测定 样品1中SMZ和TMP含量分别为标示量的100.42%和96.83%;RSD分别为0.37%和2.55% ($n = 9$)。样品2中的SMZ和TMP含量分别为标示量的102.02%

[作者简介] 闻俊(1979-),男(汉族),硕士

E-mail: wenjunn@etang.com

*Corresponding author

和 101.81%; RSD 分别为 0.54% 和 1.51% ($n=9$)。

3 讨论

药典法在 2 种不同的溶剂中分别对 SMZ 和 TMP 进行测定^[1]。药典法在 0.1 mol/L NaOH 溶液中选择双波长等吸收消去 TMP 的影响, 测定 SMZ 的浓度。但是在该溶液下, TMP 浓度低且找不到消去 SMZ 的等吸收点, 故换用 HCl-KCl 饱和溶液测定 TMP 浓度。

褶合光谱法则是在同一溶剂中对两个组分同时测定, 所以要求两组分的浓度均在良好的线性范围内。在复方磺胺甲噁唑片中, SMZ 和 TMP 的含量相差 5 倍, 当 SMZ 取药典法的测定浓度 10 $\mu\text{g/ml}$ 时, TMP 浓度仅为 2 $\mu\text{g/ml}$, 吸收度值过低。若配制时提高 TMP 浓度, 会使得吸收度值增大超出仪器允许范围, 影响定量的准确性, 故采用 TMP 的标准加入法。通过绘制 TMP 的标准曲线得到 TMP 的线性范围为 3.108~7.198 $\mu\text{g/ml}$, 采用标准加入法会对测定结果的 RSD 值带来影响, 因此需要严格控制标准加入量, 防止测定结果的误差过大。采用 2 倍标准加入量, 使得样品液中的 TMP 浓度达到 6 $\mu\text{g/ml}$, 可以满足测定的需要; 同时结果的 RSD 值

扩大了 2 倍, 但 < 3%。

褶合光谱法可以不经过分离同时测定双组分的含量^[4], 本实验通过褶合光谱-标准加入法测定复方磺胺甲噁唑片中 SMZ 和 TMP 的含量, 结果令人满意, 说明对于处方比例悬殊并且紫外光谱吸收强度差异大的双组分药物, 确定最佳标准加入量, 采用褶合光谱法可以不经过分离同时测定双组分的含量。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会 中国药典(二部) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 518-519
- [2] 元云鹏, 吴玉田, 柴逸峰, 等. 复方头孢氨苄胶囊的褶合光谱法测定[J]. 中国医药工业杂志, 2002, 33(1): 552-553
- [3] 黄庆华, 温金莲, 邹萍萍, 等. 褶合光谱法测定好得快气雾剂中两组分得含量[J]. 广东药学院学报, 2003, 19(1): 14-16
- [4] 王建军, 吴玉田. 褶合光谱法在药物分析领域内的应用[J]. 药理学进展, 2002, 26(1): 1-3

[收稿日期] 2003-12-18

[修回日期] 2004-04-01

[本文编辑] 尹 茶

· 临床研究 ·

Holter 评价冠心病心肌缺血的作用

Holter in evaluation of myocardial ischemia in patients with coronary heart disease

胡建强, 周炳炎, 毛红娟, 曹爱芳 (第二军医大学长海医院心血管内科, 上海 200433)

[摘要] 目的: 探讨 Holter 检测评价冠心病心肌缺血的作用。方法: 200 例行 Holter 检查的患者同时行冠状动脉造影, 对 Holter 检测到的心肌缺血结果进行分类, 并冠脉造影结果为金标准进行评价。结果: Holter 检测冠心病心肌缺血的敏感性为 56.4%, 特异性为 50%, 假阳性率为 50%, 假阴性率为 43.6%。缺血性 ST 段压低 > 2 mm 组冠脉病变支数及狭窄 > 90% 的血管支数均较 ST 段压低 ≤ 2 mm 组明显增多 ($P < 0.01$); ST 段水平延长组中 4 例患者均有冠脉重度狭窄, ST 段上抬组其中 2 例冠脉接近闭塞, 2 例冠脉无异常; ST 段压低 > 2 mm 组多支病变的例数较其他组明显增多 ($P < 0.01$), 冠脉造影阳性而 Holter 未监测到心肌缺血组狭窄 > 90% 血管支数明显减少 ($P < 0.01$)。结论: Holter 对检出冠心病多支病变及冠脉严重狭窄患者所引起的心肌缺血具有较高的敏感性, 并能判断心肌缺血的严重程度及检出伴随心肌缺血的心律失常。

[关键词] 冠状动脉疾病; 心肌缺血; Holter; 冠状动脉造影

[中图分类号] R 541.4

[文献标识码] B

[文章编号] 0258-879X (2004) 07-0798-02

动态心电图 (Holter) 可以记录心肌缺血时的心电图改变, 包括无症状心肌缺血, 同时也可记录心肌缺血时伴随发生的心律失常。但心电图 ST-T 改变的影响因素众多, 除心血管疾病外, 还有神经精神因素、电解质紊乱、内分泌代谢疾病等, 并且 ST-T 改变表现形式多样。为了探讨 Holter 评价心肌缺血的作用, 我们总结分析了 200 例冠状动脉 (冠脉) 造影病例的术前 Holter 检查结果, 现报告如下。

1 临床资料

1997 年 2 月至 2001 年 12 月住院行冠脉造影的 200 例患者, 男 108 例, 女 92 例, 年龄 37~82 (56.3 $\pm$ 6.8) 岁, 均诊断为冠心病或可疑冠心病, 其中伴高血压 85 例, 糖尿病 37 例, 肥厚性心肌病 2 例, 瓣膜性心脏病 2 例, 并排除预激综合

征、束支传导阻滞、药物影响、电解质紊乱等情况。

Holter 诊断心肌缺血标准: ST 段呈水平型、下斜型下移 > 0.10 mV, 或较原水平下移 > 0.10 mV, $QX/QT \geq 50\%$, 持续 30 s 以上, 与心绞痛症状一致的 ST 段抬高或延长, 伴或不伴缺血性 T 波改变。冠脉病变标准: 冠脉造影显示血管狭窄 $\geq 50\%$ 为有意义狭窄。所计算的冠脉血管支数包括: 左主干、前降支、左回旋支、右冠脉, 直径 > 2 mm 的对角支和钝缘支。

2 结果

200 例患者中 Holter 心肌缺血阳性 109 例, 其中冠脉造

[作者简介] 胡建强 (1966-), 男 (汉族), 硕士, 主治医师