

岛津 AA-7000 测定注射用头孢他啶中 助溶剂碳酸钠的含量

AAS-017

摘要：本文采用原子吸收分光光度法，以 Na 空心阴极灯为光源，空气~乙炔火焰原子化器，选择 330.3 nm 为分析线，建立了注射用头孢他啶中助溶剂碳酸钠含量的方法。实验结果显示，钠元素的检测浓度线性范围为：0~111.65 mg/L($r=0.9998$)；平均回收率为 95~106% 范围内 ($RSD<2\%$) 检出限为 0.24 mg/L。试验结果表明，该方法灵敏度高、准确性好，可用于注射用头孢他啶中碳酸钠的含量测定。

关键词：原子吸收光谱法 碳酸钠注射用头孢他啶

头孢他啶 (Ceftazidime, CAZ) 是第三代头孢菌素类广谱抗生素，与第一、二代头孢菌素相比，其抗菌谱进一步扩大，对 β -内酰胺酶高度稳定。临床上用于治疗中重度感染。由于头孢他啶亲水性较弱，制剂中通常加入碳酸钠作助溶剂以增加其水溶性。《美国药典》31 版采用原子吸收分光光度法测定碳酸钠的含量，《中国药典》2005 年版未对碳酸钠的含量进行控制，而是通过检测注射用头孢他啶的 pH 值及含量均匀度来间接控制头孢他啶的纯度，不能直接检测主成分的含量。

在质量控制中增加碳酸钠的含量测定，一方面可以提高质量标准，达到国外同品种药物的质量控制要求；另一方面，可以客观准确地计算出头孢他啶的纯度，对于控制药品质量，保证用药安全、有效具有重要意义。

本文碳酸钠的检测可通过原子吸收光谱法测定 Na^+ 来实现。

实验部分

1.1 实验器皿及试剂

Shimadzu AA-7000 原子分光光度计

氯化钠 (天津基准化学试剂有限公司，含量：99.95~100.05%)

Shimadzu 十万分之一电子天平

注射用头孢他啶两种 (A、B) 硝酸 (优级纯) 实验所用器皿均为玻璃制品

1.2 样品的前处理

由于氯化钠较之碳酸钠稳定且易于储存，因此以氯化钠为对照品。

氯化钠储备液：精密称量 709.31 mg 氯化钠对照品，置于 250mL 容量瓶中，加水溶解稀释至刻度，即得到 $C(Na^+)=1115.50$ mg/L 的溶液，作为氯化钠储备液。

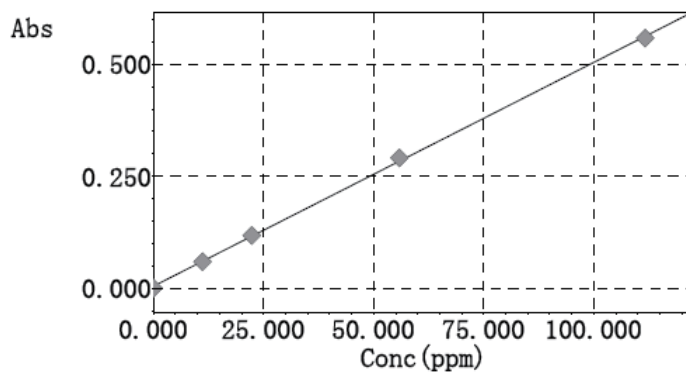
样品溶液：分别精密称取 A 试样 0.1371 g；B 试样 0.1278 g，置于 100 mL 容量瓶中，加适量水溶解后，加入硝酸 10 mL，用水稀释至刻度，作为样品溶液。

空白溶液：取硝酸 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，即得。

结果讨论

2.1 标准曲线

分别取氯化钠储备液 0, 1, 2, 5, 10 mL，加入 10 mL 硝酸，用水定容至 100 mL，对应得到 0, 11.1650, 22.3300, 55.8240, 111.6500 mg/L 的 Na 标准溶液，经仪器分析得到标准曲线如下：



$$\text{Abs} = 0.0049967 \text{Conc} + 0.0047448$$

$$r = 0.9998$$

图1 Na的标准曲线

Na 标准曲线的相关系数达到 0.9998，具有良好的线性关系。

2.2 精密度实验测定结果

对 A、B 两个样品进行平行 6 次测定 Na 含量，RSD ≤ 1%，结果见表 1。

表 1 样品精密度测定结果

编号	测定结果(ppm)						平均值(ppm)	RSD(%)
	1	2	3	4	5	6		
样品 A	60.93	60.73	60.83	61.41	60.99	61.20	61.01	0.41
样品 B	55.24	55.06	55.16	55.80	56.01	55.92	55.54	0.78

2.3 加标回收率实验及方法的检出限

分别精密称取 A 样品 0.1260 g，B 样品 0.1284 g，置于 100 mL 容量瓶中，加适量水溶解后，加入硝酸 10 mL，A 样品中加 2 mL 氯化钠储备液，B 样品中加 5 mL 氯化钠储备液，用水稀释至刻度，测试其吸光度值。

表2 样品的加标回收率

元素	样品本底值 (ppm)	加标量 (ppm)	测定值 (ppm)	平均值 (ppm)	回收率 (%)	RSD (%)
A	56.55	22.33	78.78	77.46	99.55	1.91
			77.82		95.25	
			78.20		96.95	
			78.02		96.15	
			114.83		106.11	
B	55.60	55.82	113.14	113.73	103.08	1.31
			113.58		103.87	
			113.35		103.46	

对样品空白进行 11 的检测，计算其标准偏差，以 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率得到该方法对 Na 的检出限为 0.24ppm。

2.4 样品中碳酸钠含量的计算。

取 A、B 样品各两份，测试其中碳酸钠的含量。

表3 样品中碳酸钠含量的检测结果

样品	质量 (g)	碳酸钠含量 (%)
A-1	0.1371	10.34
A-2	0.1260	10.34
B-1	0.1278	9.98
B-2	0.1285	9.97

结论

本文采用火焰原子化法，建立了测定注射用头孢他啶中助溶剂碳酸钠含量的方法。该方法在范围内，线性良好，相关系数为 0.9998，平均回收率为 95 ~ 106% 范围内 (RSD<2%) 检出限。计算结果显示，A、B 两个样品中助溶剂碳酸钠的含量分别为 10.34% 和 9.98%。试验结果表明，该原子吸收光度法灵敏度高、选择性好，适用范围广，可用于注射用头孢他啶中碳酸钠的含量测定。