

以0.01mol/L HCl液为空白,测定吸光度,求出 ΔA_P 和 ΔA_B ,代入回归方程计算含量。并根据药典⁽¹⁾将盐酸普鲁卡因用永

停滴定法、维生素B₆用非水滴定法进行对照试验,结果与药典法基本一致,见表3。

表3 本法与药典法对样品中两组分测定结果的比较

批号	盐酸普鲁卡因				维生素B ₆			
	本法		药典法		本法		药典法	
	平均回收率(%)	CV%	平均回收率(%)	CV%	平均回收率(%)	CV%	平均回收率(%)	CA%
8903002(n=4)	98.08	0.24	98.00	0.32	98.10	0.19	98.19	0.30
8902101(n=4)	97.34	0.32	97.50	0.40	97.28	0.32	97.50	0.32
8904141(n=4)	98.27	0.37	98.25	0.42	98.25	0.30	98.00	0.40
8904061(n=4)	96.13	0.36	96.50	0.35	96.24	0.24	96.25	0.34

讨 论

1. 确定倍率系数K时,为了减少误差,所选用的两个波长最好避开吸收曲线的谷及陡坡处,同时K值一般不宜过大,通常 $K \leq 2$ 为好⁽⁷⁾。

2. 本文的两个回归方程均经F检验,回归效果非常显著($P < 0.01$)。

3. 用本法测定复方益康宁注射液中盐酸普鲁卡因和维生素B₆的含量,样品不经提取分离,不用有毒试剂,方法安全、可靠。

参 考 文 献

1. 中国药典(二部)、P424, 490, 附录P20, 1985
2. 李芳: 药物分析杂志, 9(3): 169, 1989
3. Shah, R. C. et al; J Pharm Sci 54(3): 432, 1965
4. 梁云爱等: 药物分析杂志, 9(1): 32, 1989
5. 日本药局方, 第十一改正版, P433
6. 山东省药品标准(下篇), P446, 1986
7. 倪永年等: 分析化学, 14(6): 250, 198

紫外分光光度法测定茶苯海明片的含量

84558部队药检所 蔡怀友 刑启德* 于香安**

对茶苯海明片的含量测定,中国药典⁽¹⁾和英国药典⁽²⁾均采用提取容量法,须经反复提取洗涤十余次,繁琐费时;美国药典⁽³⁾采用萃取后非水法测定,操作大大简化,但须用的有机溶媒较多;报道的雷氏盐比色法⁽⁴⁾作了很大的改进,尚有继续简化的必要。故须寻找更为快速、简便、准确的含量

测定方法。

本文利用茶苯海明在276nm波长处有最大吸收,拟定了分光光度法测定茶苯海明片含量的方法,考察了时间、温度对其稳定性的影响,与美国药典作了对照实验,回收率好,结果满意,现介绍如下。

一、仪器与试剂

751型分光光度计,上海分析仪器厂;WFZ800—D₂紫外可见光分光光度计,北京第二光学仪器厂;岛津-240分光光度计,

*解放军第10医院进修生, **兰州医学院第二附属医院。

日本岛津; 茶苯海明, 药用, 符合中国药典1985年版规定, 北京双桥制药厂; 硫酸, 冰乙酸, 醋酐, 高氯酸, 氯仿, 均为分析纯; 淀粉, 硬脂酸镁为药用规格。

二、实验方法的确定与结果

1. 吸收光谱的绘制 精密称取茶苯海明0.1g, 置250ml量瓶内, 加0.05mol/L 硫酸液适量, 充分振摇溶解后, 加至刻度, 摇匀。精密吸取4.0ml, 置1000ml量瓶内, 用0.05mol/L硫酸液稀释至刻度, 置UV-240分光光度计, 以0.05mol/L硫酸液为空白, 在200~300nm波长范围内扫描, 结果表明, 在276nm波长处有最大吸收。

2. 标准曲线的绘制 精密称取茶苯海明0.1159g, 在250ml量瓶内加0.05mol/L硫酸液溶解至刻度, 摇匀后精密吸取2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0ml, 分别置100ml量瓶内, 加0.05mol硫酸液至刻度摇匀后在276nm波长处测定吸收度, 结果见表1。

表1 标准曲线测定结果

样号	吸取ml数	含量(μg/ml)	吸收度*
1	2.0	9.27	0.262
2	3.0	13.91	0.379
3	4.0	18.54	0.495
4	5.0	23.18	0.620
5	6.0	27.82	0.740

*三台仪器测定平均值

浓度在9~30μg/ml间符合比尔定律, 经统计计算得直线回归方程为 $A = 0.02050 + 0.02581c$ 相关系数 $\gamma = 0.9999$ 。

3. 稳定性试验 (1) 放置时间对测定结果的影响, 结果见表2。

(2) 温度对测定结果的影响, 结果见表3。

4. 回收率实验 按文献⁽⁵⁾介绍处方, 精密称取茶苯海明原料, 按比例加适量混合辅料, 模拟片剂处方, 测定回收率, 结果见表4。

表2 放置时间对测定结果的影响

放置时间 (h)	吸 收 度		
	1号	2号	3号
立即	0.262	0.620	0.740
0.5	0.262	0.620	0.740
1	0.262	0.620	0.740
2	0.262	0.620	0.740
4	0.262	0.620	0.740
8	0.262	0.620	0.740
24*	0.261	0.618	0.740
48*	0.262	0.621	0.739

表3 温度对测定结果的影响

温 度	两批茶苯海明片标示量(%)	
	1号	2号
室 温	99.72	99.56
微 温	99.72	99.56
水浴加热	99.76	99.46

表4 回收率实验结果

编号	加入量(μg)	测得量*(μg)	回收率(%)
1	9.68	9.74	100.62
2	12.04	12.03	99.92
3	12.10	12.15	100.41
4	16.05	15.98	99.56
5	19.36	19.35	99.95
6	20.06	20.09	100.15
7	24.07	24.08	100.04
8	24.20	24.16	99.83
\bar{X} (%)		100.06	CV(%) 3.3

*测得量为8次测定结果平均值

5. 测定方法的拟定. 取茶苯海明片20片. 精密称重, 研成细粉, 精密称取相当于茶苯海明0.1g的细粉, 置250ml量瓶内, 加0.05mol/L硫酸液适量, 振摇至溶或水浴上微温加速溶解后, 放冷至室温, 加0.05mol/L硫酸液至刻度, 摇匀, 用干燥滤纸滤过, 弃去初滤液, 精密吸取续滤液4~5.0ml, 置100ml量瓶内, 加0.05mol/L硫酸液至刻度, 摇匀后, 置分光光度计上测定吸收

度,按下式计算片剂的标示量:

$$\text{标示量}\% = \frac{(A - 0.0205) \times \bar{W}}{2 \times 0.02581 \times S \times V} \times 100\%$$

式中: A: 吸收度, \bar{W} : 平均片重, S: 取样量, V: 吸取续滤液的毫升数。

6、市售茶苯海明片的含量测定。对市售不同厂家、不同批号的茶苯海明片,用本法与美国药典法分别测定含量,结果见表5。

表5 两种方法测定茶苯海明片含量的结果

样号	批号	生产厂家	本法(%)	U.S.P法(%)
1	860624	北京益民制药厂	95.87	96.17
2	861004	北京益民制药厂	99.31	99.15
3	861122	北京益民制药厂	93.39	93.57
4	860531	上海黄河制药厂	91.64	91.40
5	8411219	天津华津制药厂	95.50	95.23
6	800309	天津3526工厂	93.05	93.45

三、讨 论

1. 本实验表明,用此法测定茶苯海明片

的含量,取样少,稳定性好,回收率高,快速简便尤其适用于工业生产中中间体的快速检验,对不同批号茶苯海明片的含量测定,与美国药典法作了对照,结果满意。

2. 在检品的溶解过程中,应充分振摇至溶,必要时可在水浴上微温以加速溶解。在沸水浴中加热更可加快溶解速度,对测定结果亦无影响,但过滤较慢。

3. 吸取检液量的多少,应以被测液浓度控制在10~20 μ g/ml间为宜,这样可使测定读数误差较小。

参 考 文 献

1. 中华人民共和国药典二部, 1985: 285
2. B.P.1980: 763
3. U.S.P.1980: 248
4. 钱树德 药物分析杂志 1983 3(2): 118
5. 顾学裘 药物制剂注解 第二版 北京人民卫生出版社 1981: 790

尿液中四环素的荧光测定法及其动力学研究

山东烟台市来阳中心医院药研室 胡克忠

提要: 本文探讨了用国产930型荧光光度计测定人体四环素尿中药量的简易方法,并对其药物动力学进行了研究,所获得的主要药物动力学数据与文献报道一致。

体液中四环素的测定常用的有微生物法、荧光法和高效液相色谱法,而目前以Kohn的荧光分光光度法应用最广。原理是使四环素在Ca²⁺的存在下与巴比妥形成络合物,转入乙酸乙酯中,置荧光光度计中,以波长405nm激发,测定发射波长530nm的荧光强度,算出检品中的药物浓度(或药量)。本文选用国产930型荧光光度计参照Kohn法并稍加改进,测定了5人尿中四环素的含量,并对其主要药动学参数进行了探讨,结果满意,现报道如下。

一、仪器、药品及试剂

930型荧光光度计(上海第三分析仪器

厂)
y1CH—I型液体快速混合器
四环素标准品(烟台市药品检验所提供);四环素普通片(250mg/片,烟台人民药厂,批号880315);50 μ M盐酸四环素水溶液(自制);含8 $\times 10^{-3}$ M巴比妥、3 $\times 10^{-4}$ M CaCl₂的甲醇溶液;含0.44N三氯乙酸和0.04M CaCl₂的水溶液;0.9M巴比妥钠;乙酸乙酯。

二、标准曲线的绘制

1. 荧光标准的制备:取50 μ M盐酸四环素水溶液2ml,加入0.9M巴比妥钠0.4ml,然后用巴比妥一氯化钙的甲醇溶液稀释