

(四)混和组分溶液的浓度及回收率

以对照品转换曲线上各波长处的值为自变量(χ),样品转换曲线上相应波长处的值为应变量(Y),建立一元线性回归方程,结果如下:

$$M_1: y = 0.6467\chi + 0.7042 \quad r = 0.9997$$

$$M_2: y = 0.7579\chi + 0.6286 \quad r = 0.9998$$

$$M_3: y = 0.8664\chi + 0.4761 \quad r = 0.9997$$

将测定物苯酚和干扰物水杨酸的对照品浓度分别与斜率和截距相乘即得混和组分样品中两者的浓度,并计算出回收率(见表2)。

表2 回收率的测定

组 分	投入量($\mu\text{g}/\text{ml}$)		测得量($\mu\text{g}/\text{ml}$)		回收率(%)	
	水杨酸	苯酚	水杨酸	苯酚	水杨酸	苯酚
M_1	73.50	26.16	73.94	26.02	100.60	99.46
M_2	65.10	30.18	66.00	30.50	101.38	101.06
M_3	49.50	34.20	49.99	34.86	100.99	101.93

(五)样品测定 精密量取止痒酊适量,以无水乙醇稀释至水杨酸、苯酚浓度各约为 $60\mu\text{g}/\text{ml}$ 和 $30\mu\text{g}/\text{ml}$ 左右,按照回收率测定项下方法测定,结果见表3。

表3 样品测定结果

序号	水杨酸标示量(%)	苯酚标示量(%)
1	100.63	99.58
2	102.45	101.36
3	99.77	100.53

三、讨论

转换曲线分光光度法可对混和组分同时进行鉴别和含量测定。对被测组分水杨酸和

苯酚,应存在转换曲线的峰或谷,并且使被测组分在选定波长下均处于读数准确范围之内,以保证测定的准确度;处方中其它成分在稀释后对测定无干扰;本方法操作简便,结果可靠,适用于医院制剂的分析。

参考文献

- [1]陈新谦,金有豫.新编药理学.第十三版.人民卫生出版社,1992:508
- [2]中华人民共和国药典委员会.中华人民共和国药典.二部,1990:52
- [3]中华人民共和国药典委员会.中华人民共和国药典.二部,1990:292
- [4]韩柏青.转换曲线分光光度法的初探.药物分析杂志,1995,15(1):45

紫外分光光度法测定枸橼酸乙胺嗪片的含量

邢启德 邓永强* 夏晴** 王彩云*** 李凤双****

(解放军第25医院 甘肃酒泉市 735000)

摘要 本文依据枸橼酸乙胺嗪在211nm波长处有最大吸收,拟定了紫外分光光度法测定其片剂的含量。对定量条件进行了考察,测定液浓度在 $15\text{--}31\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内,浓度(C)与吸收度(A)呈良好的线性关系, $r = 0.9999$,平均回收率为100.42%, $\text{RSD} = 0.61\%$ ($n = 8$)。该法简便,样液稳定,节省试剂,赋形剂对测定无干扰。测定结果与药典法对照,无显著性差异($P > 0.05$)。

关键词 枸橼酸乙胺嗪片;含量测定;紫外分光光度法

* 解放军第6医院
 ** 解放军第323医院
 *** 解放军84802部队医院
 **** 解放军兰州医学高等专科学校指导老师

Determination of diethylcarbamazine tablet by ultraviolet spectrophotometry

Xing Qide, Deng Yongqiang, Xia Qing, Wang Caiyun, Li Fengshuang

(The 25th Hospital of PLA in Jiuquan, Gansu 735000)

ABSTRACT The Content of the Diethylcarbamazine tablet was determined by ultraviolet spectrophotometry. The detecting wavelength was 211nm, there was a good linear correlation in the range of 15~31 μ g/ml ($r=0.9999$). The average recovery was 100.42% with RSD of 0.61% ($n=8$). The results showed that the method was simple, stable and saving agents, there was no statistical difference between the results measured by the nonaqueous titration in Chinese Pharmacopoeia (1990) and by UV ($P>0.05$).

KEY WORDS Diethylcarbamazine tablet, content assay, ultraviolet spectrophotometry

枸橼酸乙胺嗪片是临床上常用的抗丝虫病药物。对其含量测定,中国药典(1990年版)^[1]采用非水滴定法,此法为排除硬脂酸镁等碱性辅料对测定的干扰,需加酒石酸掩蔽,酒石酸吸湿性强,临用前须在 105℃ 干燥 2h,操作费时和有刺激性。英国药典(1988)^[2]采用提取后剩余酸碱滴定法;美国药典(XXII)^[3]采用提取后电位法高氯酸非水滴定,步骤较繁琐。本文依据枸橼酸乙胺嗪在 211nm 波长处有最大吸收,拟定了紫外分光光度法测定其片剂的含量,对定量条件进行了考察。经与中国药典法比较,测定结果无显著性差异。方法简便易行,重现性好。现报告如下。

一、仪器与试剂

751 型分光光度计(上海分析仪器厂), SP8-100 型紫外分光光度计(美国派伊公司)。

枸橼酸乙胺嗪精制品:取枸橼酸乙胺嗪(杭州民生制药厂),加乙醇(AR)溶解,再用乙醚(AR)重结晶 3 次,105℃ 干燥,非水滴定法测其含量为 99.98%。

枸橼酸乙胺嗪片(市售品),淀粉,硬脂酸镁,微晶纤维素,滑石粉,氢氧化铝均为药用

规格,硫酸(AR)。

二、实验方法与结果

(一)紫外吸收光谱的确定 精密称取 105℃ 干燥至恒重的枸橼酸乙胺嗪精制品 0.3040g,置 250ml 容量瓶中,加 0.05mol/l 硫酸液适量振摇至溶解,加 0.05mol/l 硫酸液至刻度,摇匀。精密量取 2.0ml 置 100ml 容量瓶中,用 0.05mol/l 硫酸液稀释至刻度,摇匀。以溶剂为空白,用 SP8-100 型紫外分光光度计在 190-300nm 波长范围内扫描,其吸收光谱见图 1。结果表明,在 211nm 波长处有最大吸收,与文献^[4]报道一致。

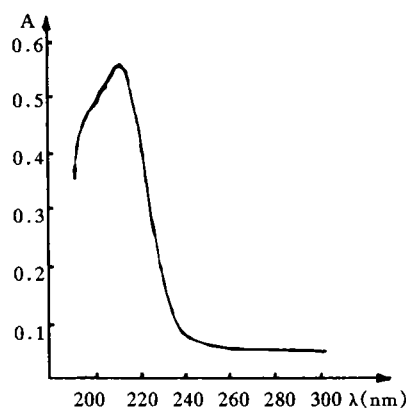


图 1 枸橼酸乙胺嗪紫外吸收光谱

(二)标准曲线的绘制 精密称取 105℃ 干燥至恒重的枸橼酸乙胺嗪精制品 0.1230g 置 250ml 容量瓶中,加 0.05mol/l 硫酸液适量,振摇至溶解,加至刻度,摇匀精密量取 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0, 5.5, 6.0, 6.5ml, 分置 100ml 容量瓶中,加 0.05mol/l 硫酸液至刻度,摇匀后,在 211nm 波长处分别测定吸收度,结果见表 1,绘制标准曲线见图 2。

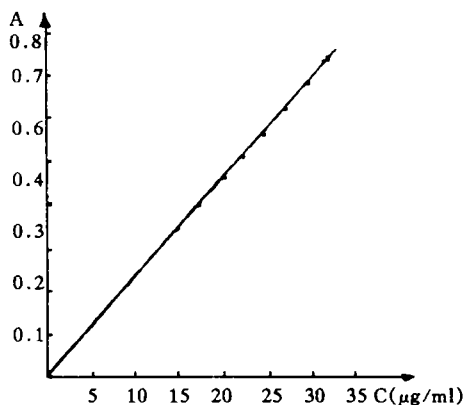


图 2 枸橼酸乙胺嗪标准曲线

结果表明,枸橼酸乙胺嗪溶液浓度在 15-31μg/ml 时,浓度 C 与吸收度 A 呈良好的线性关系。数据经统计学处理,得直线回归方程:

$$A = 0.001821 + 0.0230C \quad r = 0.9999$$

(三)供试液稳定性试验 枸橼酸乙胺嗪的 0.05mol/l 硫酸溶液立即测定与室温分别放置 2, 4, 6, 12, 24h 测定其吸收度几乎无变化,表明枸橼酸乙胺嗪硫酸液在 24h 内是稳定的。

表 1 标准曲线测定结果

样号	吸取 ml 数	含量(μg/ml)	吸收度*
1	3.0	14.76	0.341
2	3.5	17.22	0.398
3	4.0	19.68	0.457
4	4.5	22.14	0.510
5	5.0	24.60	0.565
6	5.5	27.06	0.623
7	6.0	29.52	0.682
8	6.5	31.98	0.738

* 为 6 次测得平均值

(四)回收率试验 精密称取 105℃ 干燥至恒重枸橼酸乙胺嗪精制品,依处方^[5]比例依次加入辅料,研匀制成模拟片粉,精密称取适量,(相当于枸橼酸乙胺嗪精制品 0.1040g),置 250ml 容量瓶中,加 0.05mol/l 硫酸溶液溶解至刻度,摇匀,用干燥滤纸过滤,精取续滤液适量,加 0.05mol/l 硫酸液稀释,制成不同浓度的溶液,在 211nm 波长处测定吸收度,按回归方程计算回收率,结果见表 2。

表 2 回收率试验结果 (n=8)

编号	投入量(μg)	测得值*(μg)	回收率(%)
1	16.64	16.58	99.64
2	18.72	18.88	100.85
3	20.80	21.05	101.20
4	22.88	23.05	100.74
5	24.96	25.17	100.84
6	27.04	27.17	100.48
7	29.12	28.99	99.55
8	31.20	31.21	100.03
$\bar{X} = 100.42\%$		RSD = 0.61%	

* 为 6 次测得平均值

(五)测定方法拟定 取枸橼酸乙胺嗪片 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于枸橼酸乙胺嗪 0.30g),置 250ml 容量瓶中,加 0.05mol/l 硫酸液适量振摇溶解,加 0.05mol/l 硫酸液至刻度。摇匀,用干燥滤纸过滤,精密取续滤液 2ml,置 100ml 容量瓶中,加 0.05mol/l 硫酸液至刻度,摇匀后,在 211nm 波长处测定吸收度,按下式计算片剂的标示量。

$$\text{标示量}\% = \frac{(A - 0.001821) \times W}{2 \times 0.02300 \times S \times V} \times 100\%$$

A——吸收度, W——平均片重,

S——取样量(g), V——吸取续滤液 ml 数。

(六)样品测定 按本法测定 3 批枸橼酸乙胺嗪片的含量,并与药典法对照,结果见表 3,两法测定结果比较,经 t 值检验无显著性差异(P>0.05)。

表 3 两种方法测定结果

批号	分光光度法(%)	药典法(%)
860713	99.06	99.91
890120	97.67	97.27
910409	103.31	103.84

三、小结

1. 经实验表明,用紫外分光光度法测定枸橼酸乙胺嗪片的含量,具有取样量少,稳定性好,回收率满意,方法简便,节省试剂等优点。赋形剂在测定波长处无吸收,对测定无干扰。测得结果与药典法比较,经统计学处理,无显著性差异($P > 0.05$)。适用于本品含量测定。

2. 本实验中的标示量计算公式是由两步推导运算而来:第一步,先计算出检品的含量,可根据测定液的吸收度 A 值,由回归方程计算出相应的含量。

$$A = 0.001821 + 0.0230C$$

$$C_{\text{检}} = \frac{A - 0.001821}{0.0230}$$

第二步:计算片剂的理论标示含量

$$C_{\text{标}} = \frac{\text{片重细粉称重}(S)}{\text{平均片重}(W)} \times 50$$

$$= \frac{(\text{标示量 mg}) \times 1000}{\text{吸取样品体积}(V)}$$

$$\text{稀释倍数}(250 \times 100)$$

检品的测定含量与理论标示量之比即为该批片剂的标示含量:

$$\frac{C_{\text{检}}}{C_{\text{标}}} \times 100\% = \frac{(A - 0.001821)}{0.0230} \times \frac{S}{W}$$

$$\times 50 \times 100 \times \frac{V}{250 \times 1000} \times 100\%$$

$$= \frac{(A - 0.001821) \times W}{2 \times 0.0230 \times S \times V} \times 100\%$$

以此公式与上述方法进行测定和计算,简便迅速,结果可靠。

参考文献

- [1]药典委员会.中国药典.二部.1990:332
- [2]BP.1988:933
- [3]USP.XXII.1990:426
- [4]沈克温主编.实用药物分析鉴定手册.第一版.北京:人民军医出版社,1986:442
- [5]顾学裘主编.药物制剂注解.第一版.北京:人民卫生出版社,1983:609

不同检测方法测定盐酸普鲁卡因溶液含量结果的比较

陈雅 张立新 何凤慈

(第三军医大学大坪医院野战外科研究所药剂科 重庆 630042)

盐酸普鲁卡因溶液含量检测方法有永停法、银量法、中和法和分光光度法。在实际操作中 4 种检测方法有一定差异,为此,本文对 4 种检测方法作了对比试验,并通过了方差分析,发现检测方法对盐酸普鲁卡因溶液含量结果有不同程度的影响。

一、方法

精密称定 1.00g 盐酸普鲁卡因置 10ml 量瓶,加水稀释定容,备用。

(一)银量法^[1] 精密取 1% 供试品

10ml,加溴酚蓝指示液 5 滴,稀醋酸 4gtt,用 0.1mol/L 硝酸银滴定至紫色,计算含量。

(二)中和法^[2] 精密吸取 1% 供试品 10ml,加水适量,甲基橙指示剂 1gtt,用 0.1mol/L 氢氧化钠滴定至黄色(此消耗数不计),加中性乙醇与中性氯仿各 10ml,酚酞指示剂 2gtt 用 0.1mol/L 氢氧化钠液滴定至水层显淡红色,计算含量。

(三)永停法^[3] 精密取 1% 供试品 10ml,加水 40ml,盐酸溶液(1→2)15ml 置烧