

同时采用三种方法测定热痛灵注射液中二组分的含量

黄喜茹 赵军旭* 李馨* 张振华 刘伟娜

河北医学院分析化学教研室, 050017 石家庄

河北医学院药理学系中心实验室

摘要 本文经选择适当的测定波长,同时采用多波长直线回归法、P-矩阵法和联立方程组新解法测定热痛灵注射液的含量。三种方法简便、快速、准确,样品测定结果均和北京市药品标准法测定结果一致。

关键词 多波长直线回归法, P-矩阵法, 联立方程组新解法, 热痛灵注射液

前 言

热痛灵注射液为扑热息痛和安替比林的复方制剂。北京市药品标准^[1]采用经氯仿提取分离后,用紫外分光光度法测定两组分的含量。方法烦琐费时。另外报道有双波长等吸收点法^[2],示差紫外光度法^[3],适应卡尔曼滤波紫外光度法^[4]

本文经选择适当的测定波长,同时采用多波长直线回归法(下称M法)、P-矩阵法^[5](下称P法)和联立方程组新解法^[6](下称N法)不经分离直接测定热痛灵注射液中两组分的含量。三种方法简便、快速,测定结果均与北京市药品标准法测定结果相符合。

实验部分

一、主要仪器和试剂

岛津UV-2201双光束自动记录分光光度计;长城286EX/16计算机。扑热息痛、安替比林对照品(河北省药检所提供,经三次重结晶纯制);热痛灵注射液,市售。溶剂为80%乙醇。

二、标准品储备液的配制

准确称取一定量扑热息痛,用溶剂溶解后,定量转移至100ml容量瓶,用溶剂稀释至刻度,摇匀。准确吸取此液10.00ml至100ml容量瓶,用溶剂稀释至刻度,摇匀,得扑热息痛溶液(I)。同法配制安替比林溶液(II)。

三、紫外吸收光谱的测定

按处方^[7]配比,分别准确吸取溶液(I)和(II)适量至25ml容量瓶,用溶剂稀释至刻度,摇匀。以溶剂为空白,于岛津UV-2201分光光度计上自400~200nm扫描,见图。

由紫外吸收光谱知:灵敏度较高的波段在280~230nm间。扑热息痛的最大吸收波长为248.6nm。安替比林的最大吸收波长为267.3nm,吸收谷波长为254.1nm。辅料在400~220nm

无干扰。

四、测定波长的确定

M法：选择灵敏度较高的 274~230nm 波段做为测定波长区间，约每间隔 1nm 测定吸收度（选 42 个波长点测定）。

P法：用不同的波长点个数（选 2 个、3 个和 4 个）和它们的不同组合进行计算，使在该波长组合下各组分的回收率尽量接近 100%，亦即使回收率的标准差之和最小。这样确定了 3 个最佳波长点。即 248.6nm、267.3nm 和 254.1nm。

N法：扑热息痛的最大吸收波长 248.6nm 做为 λ_1 ，安替比林的最大吸收波长 267.3nm 做为 λ_2 。

五、回收率的测定

按处方配比配制模拟注射液并稀释至相应浓度，以溶剂为空白，在所选波长下测定吸收度（三种方法的数据同时测出）。将各组数据分别输入计算机 M 法程序和 P 法程序（N 法用 fx-180P 计算器），计算回收率见表 1。

表 1 回收率测定结果

	扑热息痛 $\bar{X}(\%) \pm S$	安替比林 $\bar{X}(\%) \pm S$
M 法 ($n=6$)	98.93 \pm 0.53	99.19 \pm 0.35
P 法 ($n=6$)	100.1 \pm 0.59	99.84 \pm 0.38
N 法 ($n=6$)	99.90 \pm 0.19	100.6 \pm 0.75

六、样品的测定

准确吸取市售热痛灵注射液 1.00ml 至 100ml 容量瓶，用溶剂稀释至刻度，摇匀。精密吸取此液 0.25ml 至 25ml 容量瓶，用溶剂稀释至刻度，摇匀。按回收率试验项下的方法测定，计算样品含量。各方法的测定结果与标准法测定结果对照见表 2。

表 2 样品测定结果 (标示量%)

	扑热息痛 $\bar{X}(\%) \pm S$	安替比林 $\bar{X}(\%) \pm S$
M 法 ($n=6$)	99.83 \pm 0.79	98.60 \pm 0.59
P 法 ($n=10$)	100.6 \pm 0.35	98.69 \pm 0.48
N 法 ($n=10$)	100.3 \pm 0.58	98.67 \pm 0.47
标准法 ($n=5$)	100.8 \pm 0.36	98.68 \pm 0.34

讨 论

1. 通过选择适当的测定波长，可同时采用 M、P 和 N 法测定热痛灵注射液中扑热息痛和安替比林的含量。分别得出测定结果，以便进行相互校验，也可分别与标准法测定结果进行对照。各方法的测定结果和标准法测定结果比较基本一致。

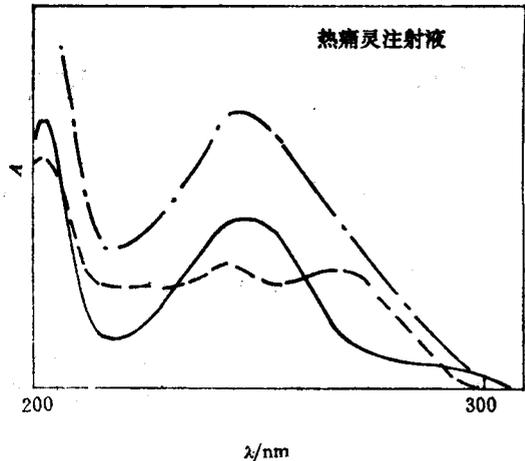


图 二组分的紫外吸收光谱

——扑热息痛 ---安替比林
- · - 扑热息痛+安替比林

2. M 法、P 法均用 BASIC 语言编制程序, 用计算机处理数据, 代替了复杂的人工计算, 开发了计算机的应用。N 法计算简单。

3. 在回收率和样品测定中, 三种方法的数据均同时测出, 省时、省力、省药品。

4. M 法和 P 法的标准数据可长期保存, 在实验条件相同时, 对多种批号的样品测定尤为简便、快速、准确, 在生产中的质量控制方面有一定的应用价值。

5. 三种方法可同时采用, 也可选其二种或一种方法。

参 考 文 献

- 1 北京市药品标准。下册, 1983, 225.
- 2 曹 红, 孙德尧. 中国药学杂志, 1992, 27 (2): 99.
- 3 晏正华, 刘云清. 药物分析杂志, 1987, 7 (2): 120.
- 4 相秉仁等. 中国药科大学学报, 1991, 22 (2): 80.
- 5 相秉仁, 安登魁. 计算药理学, 北京: 中国医药科学技术出版社, 1990, 124.
- 6 徐嘉凉, 俞善辉, 易大年. 药学报, 1990, 25 (8): 626.
- 7 胡景然主编. 河北省药品标准, 1991, 410.

THE ANALYSIS OF RETONGLING INJECTION BY THREE METHODS

HUANG Xiru, ZHAO Junxu and LI Xin

Department of Analytical Chemistry, Hebei Medical College, 050017 Shijiazhuang

ZHANG Zhenhua and LIU Weina

Central Laboratory of Department of Pharmacy, Hebei Medical College

Abstract With appropriate wavelength selection, the contents of components of retongling injection may be determined by multi-wavelength linear regression method, P-matrix method and new solution of simultaneous equations in spectrophotometry. Based on the data observed it is concluded that these methods are accurate, reliable, simple and rapid as compared with the standard pharmacy regulations of Beijing.

Keywords Multi-wavelength linear regression method, New solution of simultaneous equations, P matrix method, Retongling injection.

(Received Sep. 7, 1994)



HUANG Xiru was born in 1952 and graduated from Hebei University in 1979. Now she is working as a lecturer in department of pharmacy, Hebei Medical college. Her research subjects are multicomponent analysis by computation spectrophotometry.