

· 药物分析和鉴定 ·

系数倍率分光光度法测定复方益 康宁注射液中盐酸普鲁卡因和维生素B₆的含量

山东莒县药品检验所 梁云爱

复方益康宁注射液是治疗脑动脉硬化等疾病的新制剂。其中含有盐酸普鲁卡因和维生素B₆两种成分,目前盐酸普鲁卡因的含量测定方法有永停滴定法⁽¹⁾、高效液相色谱法⁽²⁾等,维生素B₆的含量测定方法有分光光度法^(1,3)、示波极谱滴定法⁽⁴⁾、电位滴定法⁽⁵⁾等,但在本制剂中,维生素B₆尚无测定方法。本法用于该制剂中;样品不用分离,直接在217nm和285nm两个波长处测定吸收度,即可同时求出二者含量。

一、仪器与药品

Pye Unicam 8800UV/vis spectrophotometer(英国;)

移液管、刻度吸管及容量瓶等均校正;

盐酸普鲁卡因(南京制药厂,纯度100.1%);

维生素B₆(上海新亚制药厂,纯度100.13);

复方益康宁注射液(市售品)其他试剂均为分析纯。

二、实验条件的选择

1. 吸收光谱的描绘:分别精确称定105℃干燥至恒重的盐酸普鲁卡因和维生素B₆适量,各置容量瓶中,用0.01mol/L HCl液溶解并稀释至刻度,制成盐酸普鲁卡因液(7.5μg/ml)、维生素B₆液(2.25μg/ml)及其混合液(每毫升含盐酸普鲁卡因7.5μg和维生素B₆2.25μg)。在200~320nm之间进行扫描,其光谱图见图1。

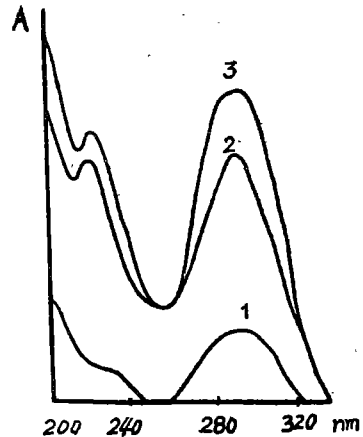


图1 紫外吸收光谱图

1. 维生素B₆ (2.25ug/ml)
2. 盐酸普鲁卡因 (7.5ug/ml)
3. 维生素B₆ (2.25ug/ml) + 盐酸普鲁卡因 (7.5ug/ml)

2. 波长的选择及倍率系数K的测定:根据吸收光谱图,为了获得较好的回收率,本实验选用 λ_1 (212、214、216、217、218、220、222nm)和 λ_2 (280、282、284、285、286、288、290nm)进行波长选择性实验。按处方⁽⁶⁾比例制成含盐酸普鲁卡因7.5μg/ml、维生素B₆2.25μg/ml的标准液,分别在上述两组波长处测定吸收度,按倍率系数 $K = A_{\lambda_2} / A_{\lambda_1}$ 计算,结果表明选择 λ_1 为217nm和 λ_2 为285nm时回收率较好,结果见表1。

测定盐酸普鲁卡因时,倍率系数 $K_B = 1.2353$ (CV% = 0.31, n = 8)。

表 1 波 长 和 倍 率 系 数 K 的 结 果 选 择

波 长 选 择		盐 酸 普 鲁 卡 因			维 生 素 B ₆		
λ_2 (nm)	λ_1 (nm)	K 值	加 入 量 ($\mu\text{g/ml}$)	回 收 率 (%)	K 值	加 入 质 ($\mu\text{g/ml}$)	回 收 率 (%)
212	280	0.8837	7.5	79.74	0.9851	2.25	91.93
214	282	0.9513	7.5	94.62	1.1689	2.25	98.95
216	284	0.9563	7.5	97.66	1.2064	2.25	99.48
217	285	0.9613	7.5	100.4	1.2353	2.25	99.94
218	286	0.9954	7.5	101.6	1.2605	2.25	102.0
220	288	1.0465	7.5	106.9	1.3204	2.25	106.8
222	290	1.0706	7.5	110.3	1.3578	2.25	109.9

$\Delta A_P^* = -A_{285} + K_B \cdot A_{217}$ (*B 为维生素 B₆, P 为盐酸普鲁卡因)。

测定维生素 B₆ 时, 倍率系数 $K_P = 0.9613$ ($cv\% = 0.17, n = 8$)。

$$\Delta A_B = A_{285} - K_P \cdot A_{217}$$

3. 线性考察及回归方程的计算: 精密称定 105°C 干燥至恒重的盐酸普鲁卡因和维生素 B₆ 适量各置容量瓶中, 用 0.01mol/L HCl 液分别溶解并稀释制成含盐酸普鲁卡因 2.5、5.0、7.5、10.0、12.5、15.0 $\mu\text{g/ml}$, 维生素 B₆ 0.75、1.50、2.25、3.00、3.75、4.50 $\mu\text{g/ml}$ 的系列溶液, 以 0.01mol/L HCl 液作空白, 照分光光度法⁽¹⁾ 在 217nm 和 285nm 波长处测定吸收度, 分别按上式计

算 ΔA_P 和 ΔA_B 值, 作线性回归, 求得回归方程为:

$$C_P = 107.5269 \Delta A_P + 2.4086$$

$$(\gamma = 0.9849, n = 6)$$

$$C_B = 30.7692 \Delta A_B - 0.0012$$

$$(\gamma = 0.9997, n = 6)$$

4. 回收率试验: 按处方比例⁽⁶⁾, 配制 8 个盐酸普鲁卡因和维生素 B₆ 的混合样品, 用 0.01mol/L HCl 液稀释成含盐酸普鲁卡因 7.5 $\mu\text{g/ml}$ 、维生素 B₆ 2.25 $\mu\text{g/ml}$, 并以 0.01mol/L HCl 液作空白, 在 217nm 和 285nm 波长处测定吸收度, 求出 ΔA_P 和 ΔA_B , 按回归方程计算回收率, 其结果见表 2。

表 2 回 收 率 试 验 结 果

盐 酸 普 鲁 卡 因					维 生 素 B ₆				
加 入 量 ($\mu\text{g/ml}$)	测 得 量 ($\mu\text{g/ml}$)	回 收 率 (%)	\bar{X}	CV%	加 入 量 ($\mu\text{g/ml}$)	测 得 量 ($\mu\text{g/ml}$)	回 收 率 (%)	\bar{X}	CV%
7.50	7.54	100.5			2.25	2.26	100.4		
7.50	7.50	100.0			2.25	2.24	99.56		
7.50	7.56	100.8			2.25	2.25	100.0		
7.50	7.52	100.3	100.4	0.33	2.25	2.26	100.4	99.94	0.55
7.50	7.51	100.1			2.25	2.24	99.56		
7.50	7.53	100.4			2.25	2.25	100.0		
7.50	7.51	100.1			2.25	2.24	99.56		
7.50	7.57	100.9			2.25	2.25	100.0		

四、样品测定

精密量取复方益康宁注射液 1.50ml, 置 200ml 容量瓶中, 用 0.01mol/L HCl 液稀

释至刻度, 摇匀, 再从中精密量取 10.0ml, 置入 200ml 容量瓶中, 用 0.01mol/L HCl 液稀释至刻度, 摇匀, 在 217nm 和 285nm 处

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。