

表 2 样品中醋酸钠含量测定结果 $n=3$

样品批号	标示量		差值
	本法 (%)	离子交换法 (%)	
940525	102.32	101.38	0.94
940622	99.89	101.23	-1.34
941012	101.99	99.70	3.29
950323-1	99.57	102.28	-2.71
950325-3	99.49	100.08	-0.59

七、小结

1. 本法操作简便、快速、实用、结果可靠、准确、省时、省力、条件不高, 适宜于本制剂的半成品或成品检验, 一般医院均可适用。

2. 由实验结果证明, 制剂中的其他离子对本实验测定无影响。本法较离子交换法简便, 快 8 倍之多。

3. 本实验中所用的移液管、滴定管均经校正。

参考文献

- [1] 尚秀珍, 朱虹, 韩东河, 等. 吸收度比值法测定复方醋酸钠注射液中的醋酸钠的含量. 中国药学杂志, 1992; 27(7): 417
- [2] 中国人民解放军总后勤部卫生部编. 医疗单位制剂规范. 第一版, 北京: 人民军医出版社, 1993: 427
- [3] 中华人民共和国卫生部药政局编. 中国医院制剂规范. 第一版, 天津科技翻译出版社, 1989: 222

用比色法测定甲丙氨酯片的含量

鲍廷铮 彭红 许军 刘文君

(江西中医学院药学系 南昌 330006)

摘要 用比色法测定甲丙氨酯片的含量, 所测结果与《中国药典》(1990 年版、二部) 的方法相符。本法回收率为 99.85%, RSD 为 0.54% ($n=5$)。本法准确、灵敏、快速、简便。

关键词 比色法; 甲丙氨酯片

Determination of the contents in meprobamate tablete by colorimetric method

Bao Tingzheng, Peng Hong, Xu Jun, Liu Wenjun

(Department of Pharmacy, Jiangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330006)

ARSTRACT A colorimetric method for the determination of meprobamate tablete, was developed. The result of meprobamate agreed with those obtained by the ChP(1990) method. The recoveries of piperine was 99.85% ($n=5$). The method is specific, sensitive, simple, and rapid.

KEY WORDS colorimetry, meprobamate tablete

甲丙氨酯(安宁、眠尔通)片为具有镇静及催眠作用的常用药品,收载于90版《中国药典》二部,其含量测定按药典规定采用凯氏定氮法,操作繁琐、费时,曾有学者在近年来研究用氨气敏电极法测定其含量^[1],但需要一定的仪器和实验装置。本文设计用分光光度法测定其含量,采用过氧化氢-硫酸为消化剂^[2,3],进行过氧化消解,方便、迅速(约需10min),消化后得澄明无色溶液,与萘氏试液显色后于460nm波长处测吸收度,计算其含量,并和药典方法比较,获得较为满意的结果。

一、仪器与试剂

751G型分光光度计(上海分析仪器厂),721-100型分光光度计(上海第三分析仪器厂)。氯化铵(基准),聚乙烯醇(17-99),萘氏试液(即碱性碘化汞钾试液,按药典方法配制),硫酸(AR),30%,过氧化氢(AR),甲丙氨酯片(上海第十一制药厂)。

二、实验与结果

(一)标准曲线绘制 分别吸取标准氯化铵溶液(含氮80.0mg/L)0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2ml(相当于含氮0.016、0.032、0.048、0.064、0.08、0.096mg),置于25ml容量瓶中,先用20ml聚乙烯醇溶液(0.1g/L)稀释,加萘氏试液1.0ml,再加聚乙烯醇溶液稀释至刻度,摇匀。以第一份作空白,于460nm波长处测定吸收度(A)。绘制标准曲线(图1)。线性关系良好,其回归方程为: $A = -0.009133 + 4.7911C$ $r = 0.9992$

(二)样品测定 取甲丙氨酯片10片,精密称定,研细,取片粉0.3g精密称定(共7份)。置50ml凯氏烧瓶中,加5ml硫酸,于控温电炉上加热3min,然后缓缓滴加消化试剂(30% H_2O_2 : H_2SO_4 =4:1)8ml(视样品量不同略微增减),至消化液澄明无色(约需5min),再继续加热2min以除去过氧化氢。冷却,转至100ml容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,吸取0.3ml,按照标准曲线项下方法

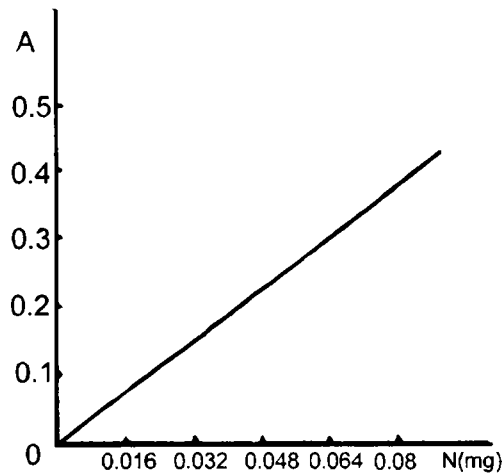


图1 标准曲线

测定吸收度,并计算含量。

(三)对比试验结果 甲丙氨酯片用药典方法(凯氏定氮法)和本法测定,并计算标示量%。药典方法的相对标准差为0.33%;本法相对标准差为0.27%。结果见表1。

表1 两法测定样品结果

序号	标示量%(药典方法)	标示量%(分光光度法)
1	100.25	100.20
2	99.96	99.88
3	100.15	100.18
4	100.00	99.91
5	99.75	99.80
6	99.55	99.58
7	100.57	100.34
RSD%	0.33	0.27

(四)标准加入回收试验 照样品测定项下操作,精密称取0.3g片粉,处理后,吸取测定液0.2ml(共6份),分别加入标准氯化铵溶液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ml(相当于含氮0、0.016、0.032、0.048、0.064、0.08mg),再按标准曲线项下方法测定吸收度,以未加标准液(第一份)为对照,计算测定结果,见表2。

表 2 回收率试验结果

投入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X}	RSD(%)
0.016	0.01613	100.81		
0.032	0.03189	99.65		
0.048	0.04775	99.48	99.85	0.54
0.064	0.06375	99.61		
0.08	0.07975	99.69		

表 3 放置时间对吸收度影响

序号	0h	2h	4h	6h	
标准品液	1	0.235	0.235	0.243	0.259
	2	0.312	0.314	0.322	0.350
	3	0.561	0.560	0.570	0.590
样品液	1	0.219	0.230	0.240	0.259
	2	0.342	0.243	0.253	0.375
	3	0.348	0.348	0.357	0.378

(五)稳定性试验 将配制好的标准品和样品测定液,分别在 0、2、4、6 小时测定吸收度,结果表明在 2 小时内稳定。见表 3。

3. 讨论

按药典方法测定一份样品需 4 小时左右,本法约需半小时,两法测定结果基本上一致。本法具有设备简单,操作简便、快速、准确、灵敏度高,重现性好等优点。便于大批测定工作的进行,具有实用意义。本法在显色时,加入聚乙烯醇溶液,可稳定茆氏试剂与氨

形成的胶状络合物,使测定液透明、稳定。本法还为较为复杂的有机含氮药物,如含氮杂环、生物碱、某些抗生素、维生素(如 VitB₁)等的含量测定方法的改进与设计提供了依据。

参考文献

- [1]李崇俊等·沈阳药学院学报,1987;(3):184
- [2]杨建发等·食品与发酵工业,1992;(1):33
- [3]张梅生等·医药工业,1979;(2):45

一阶导数光谱法测定烧伤Ⅱ号酊中盐酸小檗碱的含量

吴延晖 张增巧 邵广洲

(空军天津医院药剂科 天津 300381)

摘要 本文采用一阶导数光谱法可不经分离直接测定烧伤Ⅱ号酊中小檗碱的含量。测定波长为 361.3nm,平均回收率为 99.97%,RSD 为 0.47%(n=5)。此法具有简便、快速、准确等优点。

关键词 一阶导数光谱法;小檗碱;烧伤Ⅱ号酊