

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:

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

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

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

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

杯中, 搅拌使溶解。加溴化钾 2g, 放入永停仪中, 将滴定管的尖端插入约 2/3 处, 用亚硝酸钠液 (0.1mol/L) 迅速滴定, 随滴随搅拌。至近终点时将滴定管的尖端提出液面, 用少量水淋洗滴定管的尖端, 洗液并入溶液中, 继续缓缓滴定, 至电流指针突然偏转, 并不再回

复, 即为滴定终点, 计算含量。

(四) 分光光度法^[4] 精密取本品适量, 用水稀释成每 ml 含盐酸普鲁卡因 10 μ g, 以水为空白, 在 290nm 波长处测定吸收度, 按吸收系数 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 为 680 计算。

表 1 四种检测结果 (n=4)

银量法 (%) 1	中和法 (%) 2	永停法 (%) 3	分光光度法 (%) 4
101.55	100.76	99.28	99.42
102.10	101.41	99.78	100.18
101.20	99.76	98.24	99.82
101.19	100.82	98.82	99.04
99.78	102.14	100.42	100.06
99.63	99.99	97.28	100.15
$\bar{x}(\%)$ 100.91	100.98	98.97	99.78
RSD (%) 0.90	0.78	1.03	0.41

二、方差分析

经 F 检验^[5], 4 种均数间差别非常显著

($P < 0.01$), 进一步将 4 种均数之间两两比较结果见表 2。

表 2 各均数两两比较

比较组 A 与 B	差数 $\bar{X}_A - \bar{X}_B$	a	q	q 的界值		P 值
				P=0.05	P=0.01	
1 与 4	1.94	4	6.0230	4.08	5.25	<0.01
1 与 3	1.13	3	3.5082	3.67	4.83	<0.05
1 与 2	0.10	2	0.3105	3.01	4.17	>0.05
2 与 4	1.84	3	5.7125	3.67	4.83	
2 与 3	1.03	2	3.1978	3.01	4.17	
3 与 4	0.81	2	2.5147	3.01	4.17	

三、讨论

(一) 通过对盐酸普鲁卡因溶液测定 4 种方法对比分析发现, 分光光度法与银量法两均数差别非常显著; 分光光度法与中和法差别显著; 分光光度法与永停法无显著性差异。

(二) 从实验中得知, 1 法与 2 法的平均回收率比 3 法和 4 法的平均回收率高出 1-3%。

参考文献

- [1] 济南部队后勤卫生部编. 药局技术操作手册, 山东: 科学技术出版社, 1982: 138
- [2] 柯铭清, 许树梧. 医院制剂. 湖南科学技术出版社, 1980: 62
- [3] 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中国药典. 1995 版, 二部: 712
- [4] 中国人民解放军总后勤卫生部编. 医疗单位制剂规范. 北京: 人民军医出版社, 1991: 15
- [5] 钱漪, 许树梧. 实用药理学计算. 湖南: 科学技术出版社, 1983: 320~8