

· 药物分析 ·

双波长一元线性回归法测定雾灵鼻通中三组份含量

陈 雅 傅若秋

(第三军医大学大坪医院野战外科研究所药剂科 重庆 630042)

摘要 本文采用双波长一元线性回归分光光度法对雾灵鼻通中盐酸麻黄碱、地塞米松磷酸钠、庆大霉素 3 组份的含量进行了定量分析,其平均回收率分别为 99.94%, 100.13%, 99.86%, RSD 分别为 0.80%、0.69%、0.60%。应用本法原理简单,测定点少,计算量少。

关键词 双波长一元线性回归分光光度法, 盐酸麻黄碱; 地塞米松磷酸钠; 庆大霉素

Quantitative analysis of wu - ling bi tong nasal drops by dual - wavelength linear regression spectrophotometry

Chen Ya, Fu Ruoqiu

(Department of Pharmechemical, Research Institute of Surgery, Daping - Hospital,
The Third Military Medical University, Chongqing, 630042)

ABSTRACT A dual - wavelength linear regression spectrophotometry has been used for the simultaneous determination of ephedrine hydrochloride(1). albacort phosphate(2). gentamicin(3) in wu - ling bi tong nasal drops. The recovery averaged 99.94% . 100.13% and 99.86% for (1), (2) and (3), respectively. The RSD were 0.8% , 0.69% and 0.60% , respectively. The rationale of the method is simply. Determinated points can be few. Calculation is not complicated.

KEY WORDS dual - wavelength linear regression spectrophotometry, ephedrine hydrochloride, albacort phosphate, gentamicin

雾灵鼻通滴鼻液为我院常用的五官科制剂,临床上用于治疗过敏性鼻炎。该滴鼻液含有 3 种主要成份。本文作者根据双波长分光光度法的基本原理,采用双波长一元线性回归分光光度法^[1]对该制剂中的 3 组份进行了定量分析。

一、仪器与试剂

DU - 650 型分光光度仪(美国 Beckman); 庆大霉素、标准品(中国药品生物制品检定所);盐酸麻黄素(符合 1995 版中国药典规定;地塞米松磷酸钠(意大利生产 1991 年);雾灵鼻通(本院自制)。

二、实验与结果

对于多组份体系中的某一组份测定,根据双滤长系数倍率法的定义^[2]有

$$A_1 - KA_2 = (\epsilon_{i1} - K\epsilon_{i2})LC_i = kLC_i \quad (1)$$

其中 A_1 、 A_2 分别为混合溶液在测定波长对 λ_1 和 λ_2 处的吸收值, k_i 为工作曲线系数, L_i 为光路长, C_i 为组份 i 的浓度, K 为吸光比例系数。现以 A_2 ($A_2 \neq 0$) 除(1)式两边并整理得:

$$Y = kX + K \quad (2)$$

$$\text{令 } Y = A_1/A_2 \quad X = LC_i/A_2$$

式(2)符合一元线性回归方程,式中常数项 k (待测组份的工作曲线系数)和 K (干扰

组份的吸光比例系数)分别相当于一元线性回归方程的参数 b 和 a 。

(一) 处方

盐酸麻黄素 1.5g, 地塞米松磷酸钠 0.025g, 庆大霉素 0.5g, 氯化钠 0.45g, 蒸馏水加至 100ml。

(二) 吸收曲线的绘制

按处方比例, 精密称取已恒重的盐酸麻黄素 1.5g, 地塞米松磷酸钠 0.025g, 庆大霉素 0.5g, 分置于 3 个 100ml 量瓶中, 加水溶解并定容, 摇匀, 作为 3 个纯组份的贮备液。再分别精密吸取 5.0ml 置 100ml 量瓶中, 以水为空白, 于 400~200nm 波长范围内扫描得各组份及混合液的吸收曲线, 图 1。

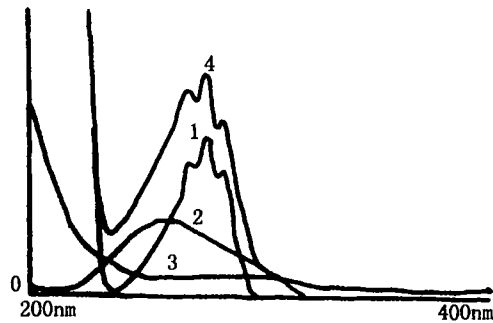


图 1 雾灵鼻通和其三组分的吸收曲线

1. 盐酸麻黄素液 2. 地塞米松磷酸钠液
3. 庆大霉素液 4. 混合液

(三) 稳定性考察

将供试品旋转 2、4、8、16h, 吸收度、外观基本无变化。

(四) 测定波长对的选择

精密吸取盐酸麻黄素、地塞米松磷酸钠、庆大霉素 3 种贮备液 3.0~7.5ml 至 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 共配制 10 份浓度比例不同的标准混合液, 以水为空白, 从 300~220nm, 每隔 2nm 测定各波长处的吸收值, 逐一筛选, 用一元线性回归方法, 求得最佳测定波长对及浓度计算公式如下:

盐酸麻黄素: $A_1 = 250nm, A_2 = 256nm$
 $y = 2.9497X - 1.5100, r = 0.9990$
线性范围: 0.45~1.125mg/ml

地塞米松磷酸钠: $A_1 = 230nm, A_2 = 244nm$
 $y = -0.0213X + 1.1499, r = 0.9992$
线性范围: 7.50~18.75 μ g/ml。

庆大霉素: $A_1 = 256nm, A_2 = 266nm$
 $y = 5.9977X - 0.9624, r = 0.9990$
线性范围: 0.15~0.375mg/ml。

(五) 回收率试验

按处方比例模拟配制雾灵鼻通滴鼻液, 精密吸取供试品适量, 用水稀释成适当浓度, 以水为空白, 在 230、244、250、256、266nm 波长处测吸收值, 分别代入相应的浓度计算公式, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果 ($n=3$)

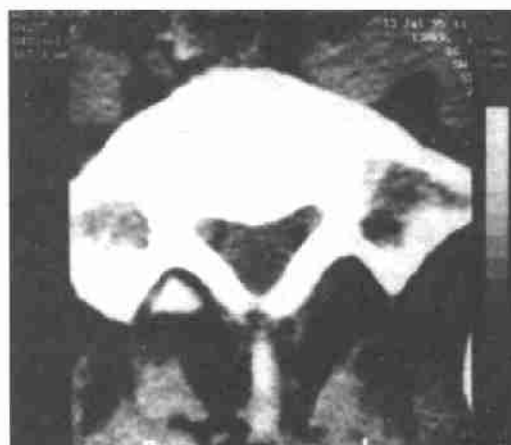
序号	盐酸麻黄素		地塞米松磷酸钠		庆大霉素	
	加入量(mg/ml)	回收率(%)	加入量(mg/ml)	回收率(%)	加入量(mg/ml)	回收率(%)
1	0.5534	98.54	8.75	98.90	0.1750	99.04
2	0.6324	100.04	10.00	100.10	0.2000	100.71
3	0.7115	100.07	11.25	100.06	0.2250	99.94
4	0.7905	99.63	12.50	100.18	0.2500	99.65
5	0.8696	100.61	13.75	100.82	0.275	100.31
6	0.9486	100.71	15.00	100.73	0.3000	99.48
\bar{x}		99.94%		100.13%		99.86%
RSD		0.80%		0.69%		0.60%

(六) 样品测定

精密吸取供试品 5.0ml 置 100ml 量瓶

中, 加水定容, 摇匀。按照回收率试验项下操作, 结果见表 2。

(下转第 27 页)



图左 (治疗前)

图右 (治疗后)

图 2 腰椎间盘突出及行梅氏熏疗 160h 后的 CT 成像对照

图左: 治疗前 1995 年 2 月 27 日 CT 片提示: 腰椎间盘突出, 非骨性椎管狭窄症, 神经根重度受压。

图右: 行梅氏熏疗 160h, 腰椎段治疗, 1995 年 7 月 13 日复查腰 CT 提示: 椎管无狭窄, 未见神经根压迫。

(上接第 56 页)

表 2 样品测定结果 (n=3)

编号	$\bar{x} \pm SD(\%)$					
	盐酸麻黄碱		地塞米松磷酸钠		庆大霉素	
1	99.02	0.45	100.03	0.60	98.72	0.53
2	100.08	0.35	99.14	0.41	99.43	0.42
3	99.73	0.33	99.32	0.37	100.21	0.45
4	100.15	0.32	98.55	0.63	100.14	0.39

三、讨论

1. 待测组份的工作曲线系数 k 及干扰组份的吸光比例系数 K 均可由混合样品溶液直接测得, 而且两者是经最小二乘法筛选

而得, 误差较小。

2. 每一待测组份两测定波长间的距离不宜过大, 且 K 系数一般不得大于 3。

3. 采用本法测定雾灵鼻通中 3 组份的含量方法简便、快速, 符合医院制剂快检要求。

参考文献

- [1] 相秉仁, 张尊德, 等. 双波长一元线性回归分光光度法同时测定复方氨基比林注射液中三组份含量. 药学学报, 1992; 27(2): 130
- [2] 安登魁主编. 药物分析. 山东: 济南出版社, 1992; 44