

表 2 样品含量测定结果(n=3)

批号	丹皮酚含量(%)		
	对照品法	E _{1%} ^{1cm} 法	经典法
950309-1	12.14	11.98	12.39
950309-2	11.76	11.65	11.92
950309-3	6.08	6.01	6.20
950310-1	5.02	4.98	5.11
950310-2	5.36	5.28	5.44
950310-3	5.42	5.36	5.55

略低于水蒸汽蒸馏法,但由于分光光度法操作简便,结果较准确,适合于丹皮酚-β-环糊精包合物的质量控制。

参考文献

- [1]国家医药管理局中草药情报中心站编. 植物药有效成分手册. 第1版. 北京:人民卫生出版社,1986:799
 [2]王铮等. 中国药学杂志,1989;24(7):410~12
 [3]中华人民共和国药典:1990年版,一部:145

紫外分光光度法测定对乙酰氨基酚泡腾片含量

王 锦 杨丽彬 韩家荣* 李忠义* 于占荣*

(沈阳军区后勤部药品检验所 沈阳 110026)

摘要 本文用紫外分光光度法在 $257 \pm 1\text{nm}$ 波长处测定对乙酰氨基酚泡腾片的含量,其浓度与吸收度的线性关系良好,相关系数 $r=0.99998$ 。平均回收率为 99.94%,变异系数为 0.20%。本法简便、快速、结果准确。

关键词 对乙酰氨基酚;泡腾片;紫外分光光度法

UV-Spectrophotometric determination of paracetamol in its effervescent tablet

Wang Jin Yang Libin Han Jiarong Li Zhongyi Yu Zhanrong

(Institute for Drug Control of Shen Yang Military Region, Sheng Yang 110026)

ABSTRACTS A UV-Spectrophotometric method was successfully used at $257 \pm 1\text{nm}$ for determination of paracetamol in its effervescent tablet. The linear relationship between concentration and absorbance was well. The correlation coefficient was 0.99998, the average recovery 99.94%, and the coefficient of variation was 0.20%. The results show that method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS paracetamol, effervescent tablet, UV-Spectrophotometric method

对乙酰氨基酚为常用的解热镇痛药,其泡腾片具有崩解快、便于服用、生物利用可靠等优点,收载于卫生部标准^[1],含量测定用高效液相色谱法。该法要求设备高,操作繁琐费

时,且需用对照品作内标。本文依据对乙酰氨基酚在紫外区有稳定的紫外吸收的特点,采用紫外分光光度法测定其含量,结果满意。

一、仪器、药品及试剂

UV-260 型紫外分光光度计,(日本岛津);LC-4A 型高效液相色谱仪,(日本岛

* 沈阳建华制药厂(沈阳 110026)

津)。

对乙酰氨基酚对照品(中国药品生物制品检定所,批号 018-8905);对乙酰氨基酚(沈阳第五制药厂,批号 9405081);对乙酰氨基酚泡腾片(沈阳健华制药厂,批号:941025,941028,941030);枸橼酸、碳酸氢钠、乳糖、硬脂酸镁等辅料均符合《中国药典》(1990 年版)规定;氢氧化钠溶液(0.1mol/L)按《中国药典》(1990 年版),附录 178 页配制。

二、对乙酰氨基酚测定波长的选择

取对乙酰氨基酚适量,用氢氧化钠溶液(0.1mol/L)制备每 1ml 含 8 μ g 的溶液,同时按处方比例制备全辅料(枸橼酸、碳酸氢钠、乳糖、硬脂酸镁等)的 0.1mol/L 氢氧化钠溶液,以氢氧化钠(0.1mol/L)溶液为空白,在 210~350nm 波长范围内扫描,记录吸收光谱。在 257nm 波长处对乙酰氨基酚有最大吸收,与文献记载一致^[2],而辅料对吸收无干扰(图 1)。

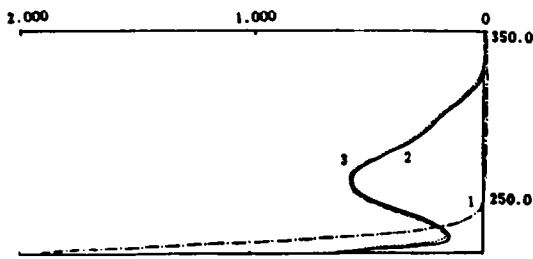


图 1 紫外吸收光谱

1. 全辅料 2. 对乙酰氨基酚
3. 对乙酰氨基酚泡腾片

三、对乙酰氨基酚的浓度与吸收度关系

精密称取对乙酰氨基酚对照品 40mg,置 250ml 容量瓶中,加氢氧化钠溶液(0.1mol/L)50ml,水 50ml,振摇使溶解,加水至刻度,摇匀。精密量取此液 3.5,4.0,5.0,5.5,和 6.0ml。分别置 100ml 量瓶中,加氢氧化钠液(0.1mol/L)20ml,用水稀释至刻度,摇匀。照分光光度法,在 257 \pm 1nm 波长处分别测其吸收度,见表 1。

表 1 对乙酰氨基酚浓度与吸收度关系

	浓度(C, μ g/ml)					
	3.2	4.8	6.4	8.0	9.6	11.2
吸收度(A)	0.228	0.343	0.458	0.572	0.686	0.797

将结果统计处理,得回归方程 $A = 0.0712C + 0.0013$, $r = 0.99998$ 。

结果表明,浓度在 3.2~11.2 μ g/ml 范围内,吸收度与浓度呈良好的线性关系。

根据公式 $E = \frac{A}{CL}$ 求得 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ 平均值为 714.0,与中国药典(1990 年版)规定基本一致。本文以药典规定 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ 715^[2]为计算依据。

四、回收率试验

按对乙酰氨基酚泡腾片处方,称取对乙酰氨基酚对照品约 40mg,精密称定。加入相应的枸橼酸、碳酸氢钠、乳糖、硬脂酸镁等辅料。置 250ml 量瓶中,加氢氧化钠液(0.1mol/L)50ml 及水 50ml,振摇 15min,加水至刻度,摇匀,过滤。弃去初滤液,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加氢氧化钠液 20ml,加水至刻度,摇匀。照分光光度法,在 257nm 波长处测定吸收度,以吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 715 计算,求得回收率,结果见表 2。

表 2 回收率试验测定结果

编号	加入量 (mg)	吸收度	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x} \pm S$	RSD (%)
1	39.42	0.565	39.51	100.23		
2	41.19	0.589	41.19	100.00		
3	41.39	0.590	41.26	96.69		
4	39.96	0.572	40.00	100.10		
5	41.97	0.599	41.89	99.80		
6	40.84	0.583	40.77	99.83	99.94 \pm 0.19	0.20

五、条件试验

(一)稳定性试验 取“样品测定”项下对乙酰氨基酚泡腾片稀释液,在 257nm 波长处,分别于 30min、1h、2h、4h、8h 和 24h 测吸收度,结果吸收度无变化。

(二)碱浓度的影响 在后一步稀释过程中,分别加 0.1mol/L 氢氧化钠 0.5,10,15,20 和 50ml。结果发现,加 0.1mol/L 氢氧化

钠 10~50ml,结果一致;但低于 10ml 时,吸收度有所下降。经紫外扫描发现,最大吸收峰有兰移现象,故选用加 0.1mol/L 氢氧化钠 20ml。

(三)辅料的影响 取高于处方中配比 10 倍量的辅料配成模拟溶液,在 257nm 处测吸收度,辅料基本无吸收。

(四)吸收波长范围测定 分别取对乙酰氨基酚对照品及原料,按处方加入辅料,配成不同浓度的溶液,在 210~350nm 波长范围内进行紫外扫描,其最大吸收波长均在 257±1nm 处。

六、样品测定

取本品 10 片,精密称定,研细。精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 40mg),置 250ml 量瓶中,按回收率试验项下,自“加 0.1mol/L 氢氧化钠液……”起,依法测定,计算百分标示量。同时与卫生部标准规定的高效液相色谱法^[1]作了比较,结果见表 3。

七、讨论

(一)用紫外法测定对乙酰氨基酚泡腾片的含量,操作简便、快速、重现性好,便于推广应用。

表 3 样品含量测定结果(标示量%,n=3)

批号	紫外法	高效液相色谱法	误差
941025	100.32	101.08	-0.76
941028	98.60	98.91	-0.31
941030	97.72	97.81	-0.09

(二)碱度对本品的测定影响较大,实验表明,100ml 溶液中含氢氧化钠 0.04g 以上时,吸收值稳定,最大吸收波长与文献记载一致。含氢氧化钠少于 0.04g 时,吸收峰有不同程度下降,最大吸收波长兰移。这与辅料中的枸橼酸、碳酸氢钠消耗氢氧化钠有关,故选用加 20ml 0.1mol/L 氢氧化钠,以确保足够的碱度。

(三)用紫外法与高效液相色谱法分别测定了三批样品,二者结果基本一致,且符合规定。紫外法可用于药厂等单位对对乙酰氨基酚半成品、中间体进行质量监察以及成品的快速分析。

参考文献

- [1]中华人民共和国卫生部药品标准·二部·(第一册) 1992:21
 [2]中华人民共和国药典·二部·1990:151~152

骨折愈合刺激素

一种由我国骨科临床工作者历经 18 年精心研制,由长春高斯达生化药业有限公司开发、生产的骨科领域首创的国家一类新药——骨折愈合刺激素(又称金葡液)目前已正式进入临床使用,从而结束了国际医疗界单纯手术治疗骨折的历史。

该药主要通过多种生物活性功能分子如酶和生长因子等协同作用,调节人体机能,使人体被“激发”处于最佳状态,通过复杂的高

层次分子水平直接和间接调节,使骨折区大量微血管增生、促进细胞周围及本身血运增加,提供丰富的营养物质、激活骨细胞的代谢、加速新骨形成,使坏死区消失,骨小梁重建。本药经近十五年来 8000 例病人使用,对多类新鲜骨折愈合可缩短 1/3~1/2 疗程,对骨折延迟愈合治愈率在 90%以上。

〔上海(军队)药品采购供应站蒋雯玺供稿〕