

· 论著 ·

褶合曲线分析法同时测定百喘朋片剂中两组分的含量

侯 巍¹, 高金波¹, 丁立新¹, 徐 丹² (1. 佳木斯大学化学与药学院, 黑龙江 佳木斯 154007, 2. 哈药集团制药总厂, 黑龙江 哈尔滨 150086)

摘要 目的:采用褶合曲线分析法不经分离同时测定百喘朋片剂中盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明二组分的含量。**方法:**以褶合光谱为基础, 利用计算机信息处理技术的褶合曲线分析法。**结果:**百喘朋片剂中盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明二组分的平均回收率及相对标准偏差(RSD)分别为 100.06%, 1.44%; 99.19%, 0.92%。**结论:**该方法用于百喘朋片剂含量的测定, 既简便, 又快速, 准确度较高。

关键词 褶合曲线分析法; 百喘朋片剂; 盐酸麻黄碱; 盐酸苯海拉明

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2004)02-0077-03

Simultaneous determination of two components in the compound Baichuanpeng tablets by convolution curve method

HOU Wei¹, GAO Jin-bo¹, Ding Li-xin¹, XU Dan² (1. College of Chemistry and Pharmacy, Jiamusi University, Jiamusi 154007, China; 2. HAEBIN General Pharmaceutical Factory, Harbin 150086, China)

ABSTRACT Objective: To simultaneous determination of two main components in the compound Baichuanpeng tablet without any separation. **Methods:** The convolution spectrometry of computer information process technology was used based on convolution spectrometry. **Result:** The mean recoveries and RSD of ephedrine hydrochloridum and diphenhydramini hydrochloridum were 100.77%, 0.82% and 94.49%, 2.55%, respectively. **Conclusion:** The method is used for qualitative control of compound Baichuanpeng tablets. The method was simple, rapid and accuracy.

KEY WORDS convolution curve method; Baichuanpeng tablets; ephedrine hydrochloridum; diphenhydramini hydrochloridum

百喘朋是一种用于气喘、枯草热、过敏性鼻炎的常见药物。其主要成分是盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明。每片含盐酸麻黄碱 12.5mg, 盐酸苯海拉明 12.5mg。其含量测定有资料报道采用高效液相法^[1]同时测定百喘朋片中盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的含量; 毛细管电泳法^[2]对盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的分离分析; 比色-容量法^[3]测定百喘朋片的含量; 反相高效液相色谱法^[4]同时测定气喘片中 4 组分的含量。本实验采用褶合曲线分析法不经分离同时测定百喘朋片剂中有效成分盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的含量, 获得了满意的结果, 该法简便、快速、结果可靠、重现性较好。现报道如下。

1 原理

褶合曲线分析法是一种数学变换方法。它根据谐波分析原理, 将光谱吸收曲线看作是多个数学分量加权而成。褶合曲线分析法系统采用类似多项式回归的褶合变换技术, 提取出 6 个数学分量 (Q_0-Q_5), 组成一种新的独立光谱体系—各数学分量随平均波长的变化轨迹。褶合曲线从数学分量的角度反

映了物质对光的吸收特性, 因此与吸收曲线一样具有定性定量的特征。由于它提供的信息量大, 可以显示吸收曲线的细微差异, 可以减少相似组分的数学相关性, 所以在物质定性和混和物定量方面具有明显的优点。

2 实验部分

2.1 仪器, 药品及试剂 UV\VIS—W 型褶合光谱仪及褶合光谱软件包(上海玉田分析仪器有限公司, 第二军医大学); 联想 1+1 电脑(联想集团), 盐酸麻黄碱对照品(佳木斯药检所); 盐酸苯海拉明对照品(佳木斯化学制药厂); 百喘朋片(市售, 长春卫星制药有限公司); 超纯水(分析化学实验室制)。

2.2 实验方法

2.2.1 对照液的制备 分别精密称取盐酸麻黄碱对照品 0.155 3g 和盐酸苯海拉明对照品 0.106 4g, 用超纯水溶解并定容至 100mL, 而后再分别取出 1mL, 用超纯水稀释至 100mL, 配得一定浓度的对照液(盐酸麻黄碱 15.53mg/L, 盐酸苯海拉明 10.64mg/L。二者的吸收度值大部分落在 0.20.8 之间)备用。

2.2.2 模拟样品液的制备 按处方比例, 分别精

密称取盐酸麻黄碱对照品 0.250 9g 和盐酸苯海拉明对照品 0.252 5g, 并加入 3.563 1g 淀粉作为赋形剂, 混合均匀后精密称取 0.157 1g, 用超纯水溶解并定容至 100mL 作为储备液, 再依次从中吸取 9、9.5、10.5、11、12mL, 用超纯水稀释至 100mL, 配得浓度分别为: 盐酸麻黄碱 8.725、9.209、10.179、10.644、11.633mg/L; 盐酸苯海拉明 8.780、9.268、10.244、10.732、11.707mg/L 的模拟样品溶液。配制模拟液的原则是使其吸收度值大部分落在 0.21.2 之间。

2.2.3 最佳条件的选择 运用褶合光谱仪将以上

对照液及模拟样品液以超纯水为空白, 经褶合光谱仪采样器采集 200400nm 波长范围内吸收度信息, 两组分及混合物褶合光谱见图 1。之后以双组分定量分析系统软件进行褶合, 运算, 由系统自动地选择最佳测定条件产生最佳褶合光谱见图 2,3。同时计算出模拟样品中两组分的含量和平均回收率, 见表 1。测定结果: 盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的平均回收率(%)及相对标准偏差 RSD(%) 分别为 100.06, 1.44; 99.19, 0.92。

表 1 盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的回收率

编号	盐酸麻黄碱			盐酸苯海拉明		
	标示量(mg/L)	测得量(mg/L)	回收率(%)	标示量(mg/L)	测得量(mg/L)	回收率(%)
1	8.725 0	8.848 3	101.41	8.780 0	8.764 3	99.82
2	9.209 0	9.353 3	101.57	9.268 0	9.190 1	99.16
3	10.179 0	10.156 0	99.77	10.244 0	10.162 2	99.20
4	10.664 0	10.599 2	99.39	10.732 0	10.740 2	100.08
5	11.633 0	11.416 7	98.14	11.707 0	11.438 5	97.72
RSD(%)		1.44			0.92	

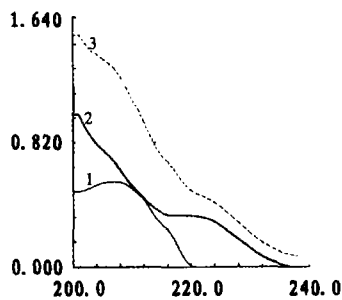


图 1 盐酸麻黄碱盐酸苯海拉明和混合物的吸收光谱图

1 - 盐酸麻黄碱; 2 - 盐酸苯海拉明; 3 - 混合物

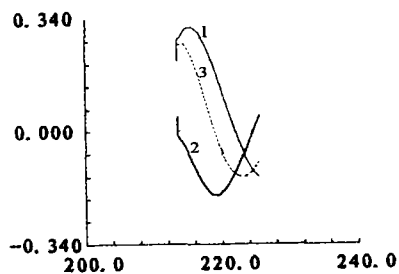


图 2 盐酸麻黄碱的最佳褶合光谱图

1 - 盐酸麻黄碱; 2 - 盐酸苯海拉明; 3 - 混合物

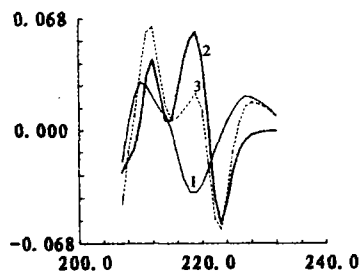


图 3 盐酸苯海拉明的最佳褶合光谱图

1 - 盐酸麻黄碱; 2 - 盐酸苯海拉明; 3 - 混合物

3 样品测定

取百喘朋 10 片, 精密称量, 研细, 精密称取片粉 0.1500g 左右, 加少量超纯水在烧杯中振摇溶解并定容至 100mL, 吸取 1mL, 再用超纯水稀释至 100mL, 用褶合光谱仪采样器自动采集吸收度信息后, 按实验方法中选定的最佳条件, 经褶合光谱中以双组分定量分析系统软件进行褶合运算即可得出测定结果。4 个批号的样品测定结果见表 2。

4 讨论

根据资料^[5] 盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明均溶于水, 故选用价格低廉的超纯水为溶剂。实验考察了按处方比例配制的混合溶液的稳定性, 结果表明, 混合溶液 48h 内稳定。经实验证明, 百喘朋片中的糖衣及淀粉在测定波长(200400nm) 范围内无吸收, 所以对测量结果无任何影响, 故可直接研磨, 无需去掉糖衣。

由于多组分定量褶合时可以从测定波长范围内任意截取一段, 选用不同波段进行褶合可以得到不同的回收率及相对标准偏差。最佳条件应是 RSD(%) 接近于 0, ER(%) 接近于 100。经尝试, 选定波段 200240nm 时 RSD 最小, 回收率最接近 100%。所以该波段被确定为最佳褶合范围。

(下转第 93 页)

以水为空白,在223nm波长处分别测定吸收度,以吸收度(A)对溶液的浓度(C)线性回归,得回归方程($n=7$): $A=0.002429+0.03064C$, $r=0.9997$ 。洛索洛芬钠在4.01616.064 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内与吸收度(A)之间呈良好线性关系。

2.3 精密度试验 分别配制5.020,10.04,15.06 $\mu\text{g/mL}$ 低、中、高3种浓度的洛索洛芬钠对照品溶液,于同一天内测定5次和5d内分别测定吸收度,1d内重复5次,计算日内和日间差异,结果日内RSD($n=5$)分别为1.87%、1.05%、0.61%。日间RSD($n=5$)分别为2.37%、1.34%、0.68%。

2.4 稳定性试验 取上述样品溶液,于2、4、6、8、10、24h分别依法测定吸收度,按吸收度计算RSD=0.67%($n=6$)。

2.5 样品含量测定 取本品10片,精密称定,研细,精密称取相当于洛索洛芬钠25mg的细粉于250mL的容量瓶中,加适量水充分振摇,再加水至刻度,旋涡振荡5min,过滤,精密量取续滤液1mL于10mL量瓶中,加水至刻度。依法测定吸收度,标准曲线法定量,测得3个批号的洛索洛芬钠片的含量结果见表1。

表1 洛索洛芬钠片含量测定结果($n=3$)

批号	标示百分含量(%)	RSD(%)
H145T	100.09	0.85
MT723	98.94	0.78
MX792	99.87	0.91

2.6 加样回收率试验 精密量取已知含量(约为100 $\mu\text{g/mL}$)的同一样品母液5份各2mL,分别置50mL容量瓶中,再依次精密加入洛索洛芬钠对照品

贮备液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL,然后加水稀释至刻度,摇匀。依法分析定量,计算回收率,结果见表2。

表2 洛索洛芬钠的加样回收率试验结果

编号	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得值(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.2028	0.1004	0.2955	97.45		
2	0.2028	0.2008	0.4059	100.57		
3	0.2028	0.3012	0.4952	99.26	98.81	1.19
4	0.2028	0.4016	0.5999	99.27		
5	0.2028	0.5020	0.6944	98.52		

3 讨论

试验结果表明,采用本法测定洛索洛芬钠片的含量,方法重现性好,辅料不干扰测定,结果准确可靠。

本法作为洛索洛芬钠片剂的定量方法之一,虽然从理论上讲不及采用高效液相色谱法^[2]测定选择性和准确性高,但相比而言操作更为简便快速,省时省力,且经济实效,更适用于洛索洛芬钠片的快速检验。

参考文献:

- [1] Hirai T, Matsumoto S, Kishi I. Simultaneous analysis of several non-steroidal anti-inflammatory drugs in human urine by high-performance liquid chromatography with normal solid-phase extraction [J]. J Chromatogr B, 1997, 692: 375.
- [2] 唐翠, 印春花. 洛索洛芬钠片的含量及体外溶出度测定[J]. 中国医药工业杂志, 2003, 12(6): 143.

收稿日期: 2003-09-12

(上接第79页)

表2 样品中盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的测定结果

	盐酸麻黄碱			盐酸苯海拉明		
	标示量(mg/L)	测得量(mg/L)	回收率(%)	标示量(mg/L)	测得量(mg/L)	回收率(%)
20020902	9.2928	9.4427	101.62	9.2928	9.2971	100.05
20021002	9.5400	9.4875	99.45	9.5400	9.2796	97.27
20021102	9.5510	9.6274	100.80	9.5510	9.3254	97.64
20021208	9.3050	9.4755	101.83	9.3050	9.1804	98.66

参考文献:

- [1] 程辉跃. 高效液相法同时测定百喘平片中盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的含量[J]. 中国药房, 2001, 12(10): 622.
- [2] 范国荣, 胡晋红, 林海, 等. 盐酸麻黄碱和盐酸苯海拉明的毛细管电泳分离分析[J]. 中国医院药学杂志, 2000, 20(09): 522.
- [3] 姜建平, 崔吉卫, 张恒斌, 等. 比色-容量法测定百喘平片的含量

[J]. 中国药业, 1999, 8(5): 45.

- [4] 安富荣, 王平全, 戈升荣, 等. 反相高效液相色谱法同时测定气喘片中4组分的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2001, 21(6): 336.
- [5] 中国药典2000年版. 二部[S]. 2000: 626, 668.

收稿日期: 2003-08-21