

四苯硼钠法测定强痛定制剂的含量

王 锦* 李 阳 李 颖 (沈阳军区后勤部药品检验所, 沈阳 110026)

强痛定制剂的含量测定, 辽宁省药品标准^[1]规定片剂采用提取非水滴定法, 注射液采用蒸干非水滴定法, 操作烦琐, 需要大量的有机溶剂, 本实验发现在酸性条件下, 强痛定与四苯硼钠1:1定量沉淀, 据此建立了四苯硼钠法测定强痛定制剂的含砷方法。现介绍如下:

1 试剂与药品

0.02 mol/L 四苯硼钠溶液, 醋酸——醋酸钠缓冲液(pH 3.7), 溴酚蓝指示剂, 0.01 mol/L 羟铵盐标准液均按《中国药典》(1990年版) 配制或标定;

强痛定: 东北第六制药厂提供, 经丙酮重结晶 $m \cdot p$ 203.5~205°C, 非水滴定法测得含量为100.38%。

强痛定片: 广州侨光制药厂, 批号841001; 天津力生制药厂, 批号8707012; 沈阳克达制药厂, 批号920101。

强痛定注射液: 天津和平制药厂, 批号871117; 天津氨基酸公司, 批号911123; 沈阳第一制药厂, 批号920901。

2 测定方法

精密称取或量取样品适量(约相当于强痛定50 mg), 置50 ml 量瓶中, 加HAc-NaAc缓冲液(pH 3.7) 10 ml, 精密加入四苯硼钠液(0.02 mol/L) 25 ml, 加水至刻度, 摇匀, 用G₄垂熔漏斗过滤, 弃去初滤液, 精密量取续滤液25 ml, 加溴

酚蓝指示剂0.5 ml, 用羟铵盐液(0.01 mol/L) 滴定至蓝色, 并将滴定的结果用空白校正。每1 ml 0.01 mol/L 羟铵盐液相当于3.089 mg的C₁₇H₂₄N₂O·HCl。

3 回收率试验

3.1 片剂: 精密称取在105°C干燥至恒重的强痛定适量, 按处方量加入淀粉、糊精、硬脂酸镁、滑石粉等辅料、混匀, 依“测定方法”进行测定, 6次测定平均回收率为99.45%, RSD为0.42%。

3.2 注射液: 精密称取在105°C干燥至恒重的强痛定适量, 按处方加注射用水, 制备成注射剂小样, 依“测定方法”进行测定, 6次测定平均回收率为99.72%, RSD为0.52%。

4 样品测定

4.1 片剂: 取本品20片, 精密称定、研细, 精密称取适量(约相当于强痛定50 mg), 依“测定方法”进行测定。

4.2 注射液: 精密量取本品适量(约相当于强痛定50 mg), 依“测定方法”进行测定。

用本法和药品标准法(非水滴定法)分别测定了不同厂家生产的强痛定片、注射液各3批, 结果见表1

结果表明, 两种方法测定的结果较一致。

5 讨论

四苯硼钠与有机含氮化合物定量产生沉淀, 视分子中氮原子数目及其碱性而定^[2], 本法中沉淀结

王锦, 男, 32岁, 1984年毕业于上海第二军医大学药理学系药学专业, 主管药师。

表1 两法测定结果比较(为标示量% $n=3$)

	批 号	四苯硼钠法	药品标准法
片	841001	98.59	98.64
	8707012	95.16	95.68
剂	920101	97.48	97.50
注射液	871117	96.52	96.87
	911123	98.03	98.27
	920901	98.81	98.33

合比是1:1,提示四苯硼钠仅与碱性较强的叔胺氮

产生沉淀,而酰胺氮不参与反应。

本法较药品标准法取样量小,不需特殊条件,简单且快速,测定结果基本一致,可用于强痛定制剂的含量测定。

参 考 文 献

- 1 辽宁省卫生厅编.辽宁省药品标准.1987.775
- 2 安登魁主编.药物分析.第二版.北京:人民卫生出版社,1986,153

收稿日期:1993—08—30

Determination of Butylcinnamylpyrazini(AP-237) Preparations by Sodium Tetraphenylboron Method

Wang Jin, Li Yang, Li Ying

(Institute for Drug Control of Shenyang Military Region, Shenyang 110026)

Abstract A sodium tetraphenylboron method was applied to determine the contents of AP-237 preparations. The average recoveries of tablets and injections were $99.45 \pm 0.42\%$ and $99.72 \pm 0.52\%$ respectively. This method was simple, rapid and accurate. The method provided results consistent with those obtained from the assay defined in the Drug Standard of Liaoning Province (1987 th edition) for six batches of AP-237 preparations.

Key words Sodium tetraphenylboron method AP-237