

流动注射分析法测定硫酸特布他林片的含量

张伟英¹, 朱福秋², 赵彦勤³ (1. 浙江东阳市人民医院, 浙江 东阳 322100; 2. 金华市九德堂医药连锁有限公司, 浙江 金华 321000; 3. 浙江金华市药品检验所, 浙江 金华 321000)

摘要:目的 建立硫酸特布他林片简便稳定快速的分析方法。方法 采用流动注射紫外分光光度法测定其含量, 检测波长为 550nm。结果 硫酸特布他林在 $24 \sim 120 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好, $r = 0.9999$, 平均回收率为 100.7%, RSD 为 0.4%。

结论 本法简便易行, 稳定性好, 可作为该制剂的含量测定方法。

关键词: 流动注射分析; 硫酸特布他林片; 含量测定

Determination of Terbutline Sulfate Tablets by Flow Injection Analytics

ZHANG Wei-ying¹, ZHU Fu-qiu², ZHAO Yan-qing³ (1. Dongyang people's Hospital of Zhejiang, Dongyang 322100, China; 2. Jinhua jiudetang Medicine Chain Limited Company, Jinhua 321000, China; 3. Jinhua Institute for Drug Control, Jinhua 321000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a simple stable and accurate method for Terbutline Sulfate Tablets. **METHOD** The contents of Terbutline Sulfate Tablets was determined by flow injection analytics, the detection wavelength was 550nm. **RESULTS** The linear of Terbutline Sulfate was $24 \sim 120 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, $r = 0.999$, the average recovery was 100.7%, RSD was 0.4%. **CONCLUSION** The method is simple, rapid and stable. It is suitable for the analysis of this preparation.

KEY WORDS: flow injection analysis; Terbutline sulfate Tablets; determination

硫酸特布他林片为支气管扩张药, 用于支气管哮喘, 慢性支气管炎, 肺气肿和其他肺部疾病引起的支气管痉挛。原质量标准采用显色后直接紫外分光光度法测定硫酸特布他林的含量^[1]。实验发现反应时间对测定结果影响相当大, 吸收度随时间不断变化, 测定结果误差较大。本实验参考了有关文献^[2,3], 建立了流动注射分析法测定硫酸特布他林的方法。该方法稳定、简便、快速, 结果令人满意。

1 仪器与试剂

LZ-1000 型组合式流动注射仪(沈阳肇发自动分析研究所); UV-260 紫外-可见分光光度计(日本岛津公司)。硫酸特布他林对照品(中国药品生物制品检定所 0273-9701); 硫酸特布他林片(阿斯利康制药有限公司, 三个批次); 三羟甲基氨基甲烷缓冲液(pH9.5)(取三羟甲基氨基甲烷 36.3g, 加水溶解并用水稀释到 1000mL, 用 $1 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸溶液调节 pH 至 9.5); 三羟甲基氨基甲烷、铁氰化钾、盐酸、4-氨基安替比林等试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 条件选择

2.1.1 反应管长度的影响 实验结果表明, 灵敏度随反应管长度的增加而增加, 但当 L 大于 130cm, 峰形变差。综合考虑灵敏度、分析速度和峰形等因素, 确定反应管长为 $L = 130 \text{cm}$ 。

2.1.2 铁氰化钾溶液的浓度选择 试验了铁氰化钾溶液浓度(0.5%、1.0%、2.0%)对测定的影响, 结果表明, 灵敏度随浓度的增加而增加, 但当铁氰化钾浓度大于 1% 时, 混合流的底色加深, 基线不稳, 故选用铁氰化钾的浓度为 1%。

2.2 实验方法 按图 1 连接流路, 启动流动分析仪。设计工作参数, 系统条件为: 反应管长 130cm($\phi 0.7 \text{mm}$), 采样体积 80 μL , 采样时间 15s, 注射间隔时间为 5s, 流速: $F_{\text{供试品溶液}} = F_{\text{铁氰化钾}} = 2.3 \text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$, 测定波长 550nm。待输出信号稳定后, 将特布他林标准品及试样依次注入, 测定吸收度值。

2.3 线性关系

精密称取 105℃ 干燥恒重的硫酸特布他林对照品约 6mg, 置 25mL 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 得硫酸特布他林对照品溶液。精密量取硫酸特布他林对照品溶液 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00mL, 置 10mL 量瓶中, 加三羟甲基

作者简介: 张伟英, 女, 1963, 本科, 学士, 副主任药师, 电话: 0579-6856863

氨基甲烷缓冲液(PH9.5)至刻度,摇匀。按实验方法进样测定,将浓度 $C(\text{ug} \cdot \text{mL}^{-1})$ 与吸收度 A 进行线性回归,得回归方程为: $A = 6.12 \times 10^{-3} C - 5 \times 10^{-4}$, $r = 0.9999$ 结果表明,硫酸特布他林浓度在 $24 \sim 120 \text{ug} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内呈良好的线性关系。

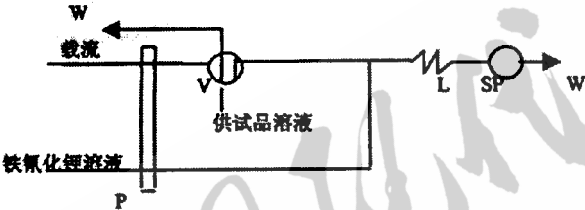


图1 流动注射分析法流程图 P: 蠕动泵; V: 进样阀; SP: 分光光度计; W: 废液

Fig 1 Procedure Chart of Flow Injection Analytics

2.4 精密度试验

取 $72 \text{ug} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的硫酸特布他林标准溶液,按实验方法连续注入 8 次,所得吸收度的 RSD 为 0.5%。

2.5 回收率试验

精密量取已知含量的硫酸特布他林片续滤液 2.0mL,置 10mL 量瓶中,精密加入硫酸特布他林对照品溶液 2.0mL,加三羟甲基氨基甲烷缓冲液(PH9.5)到刻度,进样分析,测得平均回收率为 100.7% ($n = 5$), $RSD = 0.4\%$ 。

2.6 样品测定

取 20 片精密称定,研细,取细粉适量(相当于硫酸特布他林 5mg),置 25mL 量瓶中,加 $1 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸 2mL 和水适量,超声 10min,加水至刻度,摇匀,过滤,取续滤液 5mL 于 10mL 量瓶中,加三羟甲基氨基甲烷缓冲液(PH9.5)到刻度,摇匀,注入流路分析。每批测定 3 份,同时按原方法测定。结果见表 1。

表 1 二种方法测定样品结果

Tab 1 Conclusion of Two Methods of Examination

批号	本方法	RSD%	原方法	RSD%
1	98.9%	0.3	98.1%	0.8
2	101.3%	0.4	100.7%	1.0
3	100.2%	0.3	99.8%	1.1

3 讨论

本法线性范围宽,操作简便准确,稳定性好,可作为硫酸特布他林片含量测定的方法。

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部药品标准. 二部[S]. 第五册, 中华人民共和国卫生部药典委员会, 1996.99.
[2] 吴韶铭, 陈向阳. 流动注射分析测定注射用阿洛西林钠的含量[J]. 中国医院药学杂志. 2002, 22(2): 70.
[3] 流动注射分析法[M]. 方肇伦著. 科学出版社. 1999.