

吸收度线性组合分光光度法测定 硝酸毛果芸香碱滴眼液的含量

胡克忠 董 秀 (山东莱阳中心医院, 莱阳 265200)

1%硝酸毛果芸香碱滴眼液为医院常用制剂,常加入0.03%尼泊金乙酯作抑菌制。其组分硝酸毛果芸香碱的含量测定一般采用容量法^[1]。笔者根据文献^[2,3]采用吸收度线性组合法不经分离直接测定硝酸毛果芸香的含量。实验结果表明,此法操作简便,结果满意。

实 验 部 分

1 仪器和试剂

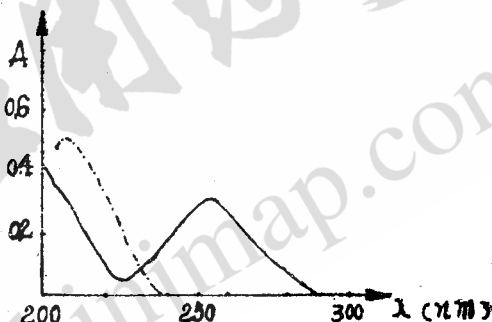
751G型分光光度计(上海分析仪器厂)。

硝酸毛果芸香碱, 尼泊金乙酯, 均符合《中国药典》85年版的规定。

2 实验条件的选择

2.1 紫外吸收光谱

分别准确配制硝酸毛果芸香碱和尼泊金乙酯的水溶液, 稀释至适当浓度, 置1 cm 的石英杯中, 以水为空白, 于200~300 nm 波长范围内, 测定各波长点的吸收值。以吸收值为纵座标, 波长为横座标, 绘制紫外吸收光谱图(见附图)。



硝酸毛果芸香碱与尼泊金乙酯紫外吸收光谱

——硝酸毛果芸香碱 ——尼泊金乙酯

2.2 测定波长点的选择

由图可见, 硝酸毛果芸香碱与尼泊金乙酯的紫外吸收光谱在200~240 nm 波长范围内出现重叠。前者在208 nm 波长处有最大吸收, 后者在 256 nm 波长处有最大吸收。根据组合法选择波长点宜选在波峰、波谷或接近波峰、波谷的原则, 由此确定线性组合式的测试点为208、209和 256 nm。经测定,

硝酸毛果芸香碱在24 h内紫外吸收稳定。

2.3 线性考察

精密称取硝酸毛果芸香碱与尼泊金乙酯适量,以水为溶剂稀释使成1 ml含硝酸毛果芸香碱1 μg ,

3 μg 、5 μg 、8 μg 、10 μg , 含尼泊金乙酯1 μg 、3 μg 、4 μg 、6 μg 及8 μg 不同浓度的供试液,各在三个波长处测定吸收值,并将结果经统计回归,结果见表1。

表1 硝酸毛果芸香碱和尼泊金乙酯线性考察结果($n=5$)

λnm	硝 酸 毛 果 芸 香 碱		尼 泊 金 乙 酯	
	回 归 方 程	γ	回 归 方 程	γ
208	$C = 21.3537A - 1.8249$	1.0000	$C = 12.1757A - 0.1329$	0.9999
209	$C = 21.4763A - 1.7908$	0.9999	$C = 12.4558A - 0.1259$	0.9999
256			$C = 10.9213A - 0.1053$	0.9999

结果表明:硝酸毛果芸香碱和尼泊金乙酯在一定浓度和波长范围内与吸收度线性关系良好,符合朗一比定律。

3 硝酸毛果芸香碱测定方法的确定

精密称取经105°C干燥恒重的硝酸毛果芸香碱和尼泊金乙酯各适量,在上述各自的浓度范围内,分别配制不同供试液5份,在各测试点测定吸收度并计算各自的 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 值,求出二者之比值,结果见表2。

表2 硝酸毛果芸香碱、尼泊金乙酯 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 及其比值计算($n=5$)

编 号	λ (nm)	硝 酸 毛 果 芸 香 碱 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$	尼 泊 金 乙 酯 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$	$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 硝 酸 毛 果 芸 香 碱 / 尼 泊 金 乙 酯
1	208	515.2	852.2	0.6064
2	209	517.7	832.0	0.6222
3	256	0	943.1	0

根据上述两种成份在同一波长测试点上的 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 之比值,根据文献^[2]公式求出K值。

$$K = (852.2 + 832)/943.1 = 1.7858$$

则测定硝酸毛果芸香碱的线性组合式为:

$$A_t = (A_1 + A_2) - 1.7858A_3$$

$$E_t = (515.2 + 517.7) - 1.7858 \times 0 = 1032.9$$

其浓度测定计算公式为:

$$C\%(\text{g/ml}) = \text{稀释倍数} \times A_t / 1032.9$$

4 回收率试验

准确配制不同浓度的供试液在三个测试点测定混合物的吸收度,然后代入线性组合式,计算硝酸毛果芸香碱的含量,结果见表3。

$$\bar{x} \pm s = 100.08 \pm 0.59 \quad \text{CV}(\%) = 0.53$$

5 样品测定

精密量取1%硝酸毛果芸香碱滴眼液1 ml,置100 ml量瓶中,加水至刻度,摇匀后精取5 ml,置

表3 回收率试验结果($n=5$)

加 入 量 mg/100ml		吸 收 度			硝 酸 毛 果 芸 香 碱 实 测 值 (mg/100ml)	回 收 率 (%)
硝 酸 毛 果 芸 香 碱	尼 泊 金 乙 酯	208	209	256		
0.6582	0.0303	0.356	0.353	0.014	0.6622	100.61
0.7679	0.0606	0.410	0.408	0.012	0.7712	100.43
0.8776	0.0909	0.469	0.468	0.021	0.8708	99.23
0.9873	0.1212	0.536	0.533	0.025	0.9917	100.45
1.0970	0.1515	0.593	0.592	0.031	1.0937	99.70

50 ml量瓶中,加水至刻度,摇匀。置1 cm的石英杯中以水为空白,按上述方法进行测定和计算,结果见表4。

6 讨论

运用该法测定硝酸毛果芸香碱的含量,回收率100.08%, $\text{CV} = 0.53\%$ 。表明该法确有简便、精确、快速、要用的特点。适用于药厂、医院制剂室

(下转第22页)

(上接第46页)

表4 样品中硝酸毛果芸香碱含量测定结果

样 品 编 号	硝酸毛果芸香碱标示量 (%)	CV (%)
1	97.0	0.11
2	98.6	0.20
3	96.7	0.15
4	95.7	0.18
5	95.8	0.21

对产品中间体的质量控制与快速分析。

参 考 文 献

- 1 中华人民共和国卫生部药政局. 中国医院制剂规范. 天津: 科技翻译出版社, 1989, 169.
- 2 孙汉涛, 王育良. 吸收度线性组合分光光度法初步探讨. 药学学报, 1988, 23(5):375
- 3 孙汉涛, 王育良, 钱金娥等. 吸收度线性组合法进一步探讨. 药学学报, 1988, 23(9):693

收稿日期: 1993-12-14

Bacillus subtilis Micrococcus lutes

Determination of Pilocarpine Nitrate Eye Drops by the Linear Combination

Method of Absorbances

Hu Kezhong, Dong Xiu

(Laiyang Central Hospital, Laiyang 265200)

Abstract Pilocarpine nitrate in pilocarpine nitrate eye drops could be determined directly without any separation by using the linear combination method of absorbances. The absorbances were measured at 208, 209, 256 nm. The content of pilocarpine nitrate was calculated by linear combination method. The average recovery was 100.08%. CV=0.59%.

Key words The Linear Combination Method of Absorbances Pilocarpine Nitrate

(on page 45)