

## 系数倍率法测定增效黄连素胶囊中的TMP含量

浙江省湖州市药检所 王一湘 陈忆庭

增效黄连素胶囊中的黄连素与TMP在uv部分的吸收互相干扰,如图1,浙江省标准(86)中采取了沉淀、过滤等法以除去盐酸黄连素后测定TMP的含量,本法则以系数倍率法除去盐酸黄连素的影响,直接测定TMP的含量,方法简单可行,回收率和回归系数均较好。

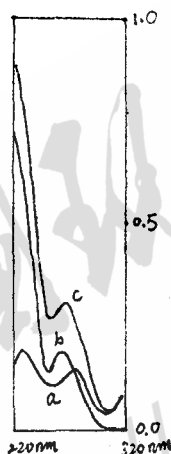


图1 TMP、盐酸黄连素及混合物的uv吸收

- a. 盐酸黄连素(2.5 µg/ml) b. TMP (6.65 µg/ml)  
c. 混合液(盐酸黄连素 2.5 µg/ml + TMP 6.65 µg/ml)

### 基本原理

设体系中有A、B两组分, A、B于 $\lambda_1$ 、 $\lambda_2$ 的吸收度分别为 $A_{\lambda_1}^A$ 、 $A_{\lambda_2}^A$ 、 $A_{\lambda_1}^B$ 、 $A_{\lambda_2}^B$ ,并且符合吸收度加和性原则,混合物的吸收度为 $A_{\lambda_1}^{A+B}$ 、 $A_{\lambda_2}^{A+B}$ 。

$$\text{如果令 } K = \frac{A_{\lambda_1}^B}{A_{\lambda_2}^B} \quad (1)$$

$$\text{则 } A_{\lambda_1}^B - KA_{\lambda_2}^B = 0 \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \text{此时 } \Delta A &= A_{\lambda_1}^{A+B} - KA_{\lambda_2}^{A+B} \\ &= (A_{\lambda_1}^A + A_{\lambda_1}^B) - K(A_{\lambda_2}^A \\ &\quad + A_{\lambda_2}^B) = A_{\lambda_1}^A - KA_{\lambda_2}^A \quad (3) \end{aligned}$$

即 $\Delta A$ 与B无关,这样便可直接对A进行定量。

### 实验与结果

#### 1. 试剂与仪器

试剂: 试剂均为A. R.

盐酸黄连素、TMP均符合中国药典1985年版。

增效黄连素胶囊湖州红延制药厂

仪器: Shimadzu uv-265FW

#### 2. 吸收度加和性的证实

称取一定量干燥至恒重的盐酸黄连素与TMP, 分别以0.05 mol/L  $H_2SO_4$ 液配成0.5 mg/ml与0.266 mg/ml浓度的溶液,并按表1所示取样量,以0.05 mol/L  $H_2SO_4$ 液稀释至100 ml,分别于290 nm和270 nm测定相应的A值,结果如表1。

#### 3. 盐酸黄连素 $A_{270}/A_{290}$ 值的测定

以0.05 mol/L  $H_2SO_4$ 液配制7.5—17.5 µg/ml浓度的盐酸黄连素溶液,分别于290 nm和270 nm测定A值,并计算求得 $K = A_{270}/A_{290}$ ,见表2。

K的平均值为2.3042,  $\sigma_{n-1} = 0.0086$

#### 4. TMP标准曲线的绘制

以0.05 mol/L  $H_2SO_4$ 液配制浓度从3.99—9.31 µg/ml的TMP溶液,分别于

表1 不同浓度下盐酸黄连素、TMP  
及它们混合物的吸收度值

溶液组成	290nm	270nm
1.5 ml TMP	0.025	0.083
2.5 ml TMP	0.041	0.129
2.5 ml 黄连素	0.373	0.863
3.0 ml 黄连素	0.456	1.050
1.5 ml TMP + 2.5 ml 黄连素	0.394	0.933
2.5 ml TMP + 2.5 ml 黄连素	0.414	0.988
1.5 ml TMP + 3.0 ml 黄连素	0.487	1.131
2.5 ml TMP + 3.0 ml 黄连素	0.497	1.180

表2 盐酸黄连素K值的测定

浓度(μg/ml)	A <sub>290</sub>	A <sub>270</sub>	K
7.5	0.229	0.526	2.2969
10.0	0.301	0.693	2.3023
12.5	0.373	0.863	2.3190
15.0	0.456	1.050	2.3026
17.5	0.526	1.210	2.3004

表4 回收率测定

溶液组成	A <sub>290</sub>	A <sub>270</sub>	ΔA	R%
3.99μg/ml TMP + 12.5μg/ml 盐酸黄连素	0.394	0.933	0.02514	98.03
7.98μg/ml TMP + 12.5μg/ml 盐酸黄连素	0.414	0.992	0.03806	99.02
9.31μg/ml TMP + 12.5μg/ml 盐酸黄连素	0.434	1.043	0.04298	101.20
7.5μg/ml 盐酸黄连素 + 6.65μg/ml TMP	0.270	0.657	0.03487	103.99
12.5μg/ml 盐酸黄连素 + 6.65μg/ml TMP	0.414	0.988	0.03406	100.25
15.0μg/ml 盐酸黄连素 + 6.65μg/ml TMP	0.497	1.180	0.03481	103.74

### 6. 与现行标准方法的比较

称取约相当于 25 mg TMP 的样品, 以 0.05 mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 液温热溶解后, 放冷, 并以 0.05 mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 液稀释至 100 ml。取稀释液 2.5 ml, 再以 0.05 mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 液稀释至 100 ml, 并于 290 nm 和 270 nm 测定 A 值, 并求得 TMP 的含量。见表 5

表5

样品批号	系数倍率法 (mg/粒)	现行标准法 (mg/粒)	相对误差 (%)
891012	54.3	54.7	-0.71
891013	51.3	50.4	1.78
891014	55.6	54.5	2.02

290 nm 和 270 nm 测定 A 值, 并求出  $\Delta A = A_{270} - KA_{290}$ , 见表 3, 求得其回归方程为

$$C = 308.8683\Delta A - 3.8534(\mu\text{g/ml})$$

$$r = 0.9984$$

表3 TMP标准曲线的绘制

浓度(μg/ml)	A <sub>290</sub>	A <sub>270</sub>	ΔA = A <sub>270</sub> - KA <sub>290</sub>
3.99	0.025	0.083	0.025395
5.32	0.031	0.101	0.029570
6.65	0.041	0.129	0.034528
7.98	0.050	0.153	0.037790
9.31	0.060	0.181	0.042748

### 5. 回收率测定

称取一定量的盐酸黄连素和 TMP 以 0.05 mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 液溶解并稀释至一定浓度(见表 4), 然后于 290 nm 和 270 nm 测定其 A 值, 并求得 ΔA 和回收率 R。

### 讨 论

1. 系数倍率法是近年来发展起来的一种分光光度法技术中的数据处理方法<sup>[2]</sup>, 与传统的双波长法相比, 它具有可以较大范围任意选择测定波长的优点, 同时它也可以适用于三波长法<sup>[3]</sup>, 因此越来越多地为人们所接受。

2. 从结果来看, 以系数倍率法测定增效黄连素胶囊中的 TMP, 平均回收率达 101.04%;  $\sigma_{n-1}$  为 2.44, 标准曲线的相关系数为 0.9984, 与现行标准方法比较, 平均相

(下转第 15 页)

(上接第37页)

对误差为1.03%，可以达到准确分析的目的。

3. 与现行标准方法比较，系数倍率法具有不需分离与预纯化，可以直接测定TMP含量的方法，可节省时间，提高工作效率，不失为一种可行和便利的方法。

本文承许荣寰主任药师审阅，特此致谢。

### 参 考 文 献

- [1] 林黎明：药学学报 1988, 23(1):49。
- [2] 董善士：药学学报 1988, 23(6):441。