

pH指示剂吸收度比值法测定溴咖合剂中安纳咖含量

张秋霞 阎正华 (西安医科大学第一附属医院药剂科, 西安 710061)

溴咖合剂中安纳咖的含量测定各地制剂手册中多采用中和法,用甲橙或甲橙-亚甲兰混合指示剂,终点均不明显,误差较大。笔者采用吸收度比值法测定其含量,具有准确,快速等优点,结果较满意。现介绍如下。

1 仪器与试剂

751型分光光度计, pHs-25型酸度计。

安纳咖(上海星火制药厂,批号840115,符合中国药典1963年版); 0.05%溴酚兰指示液。

2 实验条件

2.1 指示剂的选择 通过实验测得中和溴咖合剂中的安纳咖时,等当点pH值为3.2,根据本法原理,要求指示剂必须是双色且 PK_a 值应接近于等当点的pH值,故选用溴酚兰($PK_a = 3.9$)作指示剂。

2.2 测定波长的选择 根据实验及文献报导,溴酚兰指示剂在435 nm及590 nm两波长处有最大吸收^[2]。

3 测定方法与实验结果

3.1 r-x 标准曲线的制作 按处方^[3]精密称取105°C干燥至恒重的安纳咖和溴化钾,配成溴咖合剂标准液。取标准液20 ml置50 ml量瓶中。共13份,分别精密加入不同体积的(V')0.1 mol/L盐酸液(V' 是根据 $x = V/V'$ 计算得来的, V 为等当时需加入盐酸液的体积, X 值的范围为0.94—1.06,间隔0.01),再精密加入0.05%溴酚兰指示液2 ml,加水至刻度,摇匀。以水为空白,在435 nm和590 nm两波长处测定吸收度,求出r值($r = A_{435}/A_{435} + A_{590}$),以r值对x值绘制标准曲线。

根据r-x数据得回归方程:

$$x = 1.6410 - 0.8399 r$$

3.2 样品测定 精密吸取样品20 ml置50 ml量瓶中,准确加入0.1 mol/L盐酸液7.1 ml及0.05%溴酚兰指示液2 ml,用水稀释至刻度,摇匀。分别在435 nm和590 nm两波长处测定吸收度,求出r

值, 将 r 值代入上述回归方程, 求得 x , 按下式计算安纳咖的百分含量。

$$\text{安纳咖}\% = \frac{V' \times T \times F \times X}{S} \times 100\%$$

V' : 加入 0.1 mol/L 盐酸液的体积(ml)

T : 滴定度

F : 0.1 mol/L 盐酸液浓度校正系数

X : 中和度倒数

S : 取样量

用此方法对 5 批样品进行含量测定, 并以中和法作以对比, 结果见表 1。

表 1 两种方法测定结果比较(n=3)

样品号	中和法		吸收度比值法	
	标示量(%)	CV(%)	标示量(%)	CV(%)
1	102.48	0.27	103.14	0.04
2	99.24	0.09	99.39	0.02
3	98.67	0.13	98.60	0.03
4	99.96	0.14	99.53	0.05
5	103.85	0.12	103.90	0.09

3.3 回收率试验 按上述样品测定方法做回收率试验, 结果见表 2。

3.4 稳定性试验 经室温放置在不同时间(6 小时内)测定其吸收度。结果无变化, 认为其稳定。

表 2 安纳咖回收率试验结果

投入量 (g)	测得量 (g)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	CV (%)
0.1951	0.1947	99.79		
0.1957	0.1954	99.85		
0.2050	0.2048	99.90	99.83	0.062
0.2041	0.2039	99.90		
0.1997	0.1993	99.80		
0.1980	0.1975	99.75		

4 小结

实验证明, 用 pH 指示剂吸收度比值法测定溴合剂中安纳咖含量具有准确、快速、变异系数小, 重现性好, 简便等优点, 适用于医院制剂的质量控制。

参考文献

- 1 张兰桐. 如何建立吸收度比值法. 药学通报, 1983, 18(6), 7
- 2 邵仁英, 周安全. pH 指示剂吸收度比值法测定复方醋酸钠注射液中醋酸钠的含量. 中国医院药学杂志, 1987, 7(10), 454
- 3 陕西省标准局, 陕西省卫生局. 陕西省医院制剂规范. 西安, 陕西科学技术出版社, 1983. 57