

# 流动注射分析法测定安乃近片的含量

李洁 林杰<sup>1</sup> 石娟<sup>2</sup> (郴州 423000 湖南郴州医药专理室;<sup>1</sup> 郴州 423000 湖南郴州第一人民医院药剂科;<sup>2</sup> 西安 710061 西安医科大学药学院药分室)

**摘要** 用单流路流动注射分析法测定安乃近片(Metamizole sodium Tablets)中安乃近(Metamizole Sodium)的含量。具还原性的安乃近与氧化剂硫酸铁铵作用生成的绿蓝色中间体在604nm有最大吸收。0.3%的硫酸铁铵作载液,进样频率280样/h,安乃近线性范围10~100 $\mu$ g( $r=0.9995$ ),平均回收率为100.06%,RSD0.30%。测定结果与中国药典法测定结果经 $t$ 检验比较,无显著性差异。

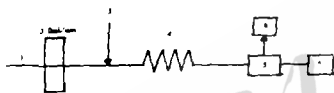
**关键词** 流动/注射分析;安乃近;含量测定

安乃近是一种应用较为广泛的解热镇痛药,其含量测定方法有碘量法<sup>[1]</sup>,紫外分光光度法<sup>[2]</sup>等。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

75-2型紫外光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂);SYB-Z输液泵(北京国营青云仪器厂);3390A积分记录仪(光谱物理公司);光程1cm流通池(自制);进样阀(自制);FIA测定装置见附图。



1-载液;2-输液泵;3-进样阀;4-反应管盘;5-检测器;6-记录仪;7-废液

### 1.2 试剂

安乃近片(西安医科大学第二临床医学院药剂科自制,规格0.5g/片);安乃近原料药粉(药典碘量法测定含量100.00%);0.3%硫酸铁铵溶液(新鲜配制);所用试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

依图安装装置,以0.3%  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  溶液(新鲜配制)为载液,调整载液流速为3ml/min,检测波长604nm。待基线稳定后进样,每样进7 $\mu$ l,进6次,记录峰高,取平均值,根据标准曲线回归方程计算含量。

### 2.1 最佳条件选择

**2.1.1 提取条件选择:**取安乃近片粉约100mg,精密称定,分别用0.5%/硫代硫酸钠溶液、乙醇、pH 3.5的盐酸溶液和50%的乙醇为提取溶媒,提取安乃近后过滤,依法测定,结果表明:用50%乙醇为溶媒,测定值灵敏度高、重现性好,故选50%乙醇为提取溶媒。

**2.1.2  $\lambda_{\text{max}}$ 选择:**安乃近原料药粉配制10mg/ml贮备液。取贮备液,在400~640nm范围内改变波长,进样7 $\mu$ l,记录峰高, $A$ 值和峰高成正比。 $\lambda=604\text{nm}$ 时峰值最高,故 $\lambda_{\text{max}}=604\text{nm}$ 。

**2.1.3 流速选择:**安乃近与 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 作用显色,在14s内,颜色变化为蓝、蓝绿、绿蓝、黄绿、黄。分别控制流速2.4,2.8,3.0,3.2ml/min,进样7 $\mu$ l,记录峰高。结果表明,流速为3.0ml/min重现性好,灵敏度高,故流速为3.0ml/min。

**2.1.4 稳定性考察:**取贮备液,在1.5h内,每隔10min进样7 $\mu$ l,测其峰高值变化RSD<0.3%( $n=30$ )。

### 2.2 线性关系考察

取10mg/ml安乃近贮备液,按优化条件依次进样1,2,3,4,5,6,7,8,9,10 $\mu$ l,并测其相应峰高。根据峰高 $H(\text{cm})$ 与安乃近进样量 $c(\mu\text{g})$ 之间的关系,得回归方程: $c(\mu\text{g})=97.0193H(\text{cm})-123.8238$ , $r=0.9995$ , $n=5$ 。

### 2.3 样品测定

取安乃近10片,精密称定,测定其平均片重,研匀,取片粉约105mg,精密称定,用50%乙醇溶解并定容至10ml,过滤,取续滤液,进样7 $\mu$ l测定,计算含量,结果见表1。

表1 安乃近片中安乃近含量测定结果( $n=6$ )

批号	每片含量(g)	相对标示量百分含量(%)	平均含量(%)	RSD(%)	药典法(%)
960327	1 0.4821	96.42	96.33	0.17	96.21
	2 0.4807	96.14			
	3 0.4822	96.43			
960424	1 0.4857	96.84	96.46	0.40	96.44
	2 0.4798	96.05			
	3 0.4819	96.48			
960502	1 0.4816	96.32	95.99	0.43	95.46
	2 0.4776	95.51			
	3 0.4807	96.14			

用FIA法和药典法对安乃近片含量测定结果经 $t$ 检验,无显著性差异。

## 2.4 回收率试验

按处方比例配制不含安乃近药粉的空白样,取约8mg,精密称定,加入安乃近药粉约200mg,精密称定,按2.3程序进行,结果见表2。

表2 安乃近回收率试验结果

序号	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
1	200.32	200.93	100.30		
2	200.19	200.50	100.15	100.06	0.30
3	200.68	200.13	99.73		

## 3 讨论

0.3%的硫酸铁胺液应新鲜配置,放置2d后即出现浑浊。

## 参考文献

- 1 中国药典.1995年版.二部.北京:化学工业出版社,1995:243.
- 2 马鸣晓.安乃近制剂的紫外/分光光度法.药物分析杂志,1990,4:226.

收稿日期:1997-01-30