

# 褶合光谱—PLS 法同时测定安痛定注射液 3 组分含量

郝 勇 钱厚海

(空军总医院, 北京 100036)

**摘要** 通过褶合变换获得褶合光谱,以此为基础,结合应用偏最小二乘(PLS)法,同时测定安痛定注射液中氨基比林、安替比林及巴比妥的含量,方法简便,结果满意。平均回收率和 RSD 依次分别为: 99.84%, 0.15%; 99.87%, 0.21% 及 100.27%, 0.39%。

**关键词** 褶合光谱—PLS 法; 安痛定注射液; 氨基比林; 安替比林; 巴比妥

安痛定注射液为常用的解热镇痛药,许多地方标准<sup>[1]</sup>均有收载。含量测定用容量法、比色法,操作较为复杂,误差较大。近年文献报道有 HPLC 法、最小二乘—分光光度法、Monte Carlo 面积拟合分光光度法等<sup>[2~4]</sup>。最近吴玉田等提出的褶合曲线分析法<sup>[5,6]</sup>在混合物分析方面的应用已经引起了分析工作者的兴趣。本文用国产褶合光谱仪,通过褶合变换获得褶合光谱,以此为基础,结合 PLS 法,不经分离同时测定 3 组分的含量。操作简便、快速,结果较满意。

## 实 验 部 分

### 仪器、药品和试剂

UV/Vis-Wc 1 型褶合光谱仪(第二军医大学研制); 7530-G 紫外可见分光光度计(上海分析仪器厂); 386 微电脑。氨基比林、安替比林、巴比妥(均为中国药典规格); 氢氧化钠(AR)。

### 回收率试验

**对照液配制** 精密称取氨基比林 0.1 g, 安替比林 0.04 g, 巴比妥 0.045 g, 分别置 50 ml 量瓶中,加 0.1 mol · L<sup>-1</sup> NaOH 液 5 ml, 溶解并稀释至刻度,得对照液母液。各取适量稀释至氨基比林 11.90 μg · ml<sup>-1</sup>、安替比林 12.06 μg · ml<sup>-1</sup>、巴比妥 12.66 μg · ml<sup>-1</sup>, 使测得的吸收度大部分在 0.2~0.7 之间。

**校正样品的配制** 以处方量的 ±20% 浓度范围,按正交设计要求,精密吸取各对照液母液适量,配制成 9 份不同浓度的校正样品液,最大吸收度均不得超过 1.2。

**模拟样品配制** 取对照液母液适量,配制 5 份不同浓度的模拟样品,其浓度范围为处方比例的 ±20%。

**操作** 以上各溶液以 NaOH 液为空白,经分光光度计采样,波长范围 210~290 nm, 间隔 2 nm, 由褶合光谱仪多组分分析系统自动地以测试点 N=2~30 为区间,选择最佳分析条件,产生褶合光谱,并用 PLS 法计算模拟样品中 3 组分的回收率。测定结果: 平均回收率和 RSD 分别为氨基比林 99.84%, 0.15%; 安替比林 99.87%, 0.21%; 巴比妥 100.27%, 0.39%。各组分与混合物的褶合光谱见图 1。

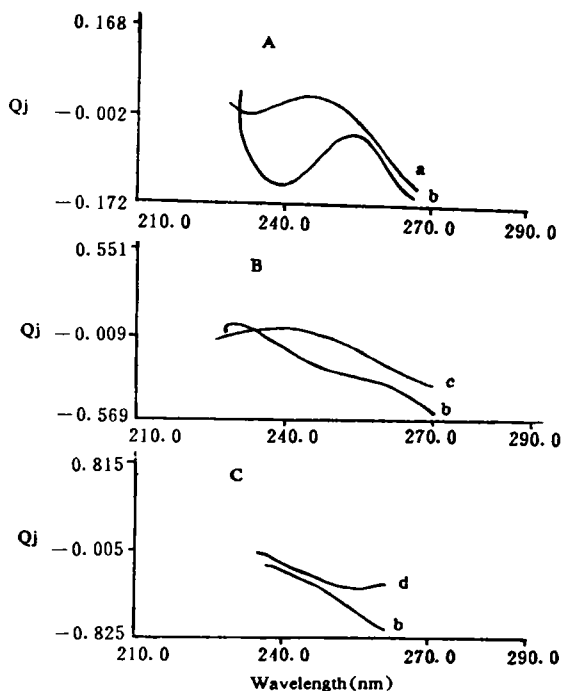


Fig 1 The best one of Qj convolution spectra of amidopyrine (A), phenazone (B) and barbital (C). a. Amidopyrine; b. Mixture; c. Phenazone; d. Barbital.

### 样品测定

按上述方法配制 3 份不同浓度的模拟样品 (相当于取安痛定注射液 1 ml, 用 NaOH 液稀释至 50 ml, 再取 0.74 ml 稀释至 50 ml) 作为待测样品, 按同样操作, 以回收率试验项下选择的最佳分析条件, 计算待测样品中各组分占标示量的百分比 (测得浓度与配制浓度之比)。样品测定结果见表 1。

Tab 1 Determination of concentrations of amidopyrine, phenazone and barbital in antondine (compound amidopyrine) injection

Component	N	J	K	sml 1	sml 2	sml 3	sml 4	sml 5	SAM 1	SAM 2	SAM 3
Amidopyrine	19	2	7	13.8880	11.9040	15.8720	12.6976	16.6656	13.8880	15.0784	13.0944
			Con. (c)	13.8362	11.8987	15.8394	12.6982	16.6340	13.9571	15.2083	13.0845
			Ind. (%)	99.63	99.96	99.79	100.00	99.81	100.50	100.86	99.92
				ER (%) = 99.84		RSD (%) = 0.15					
Phenazone	16	1	8	4.9848	6.7536	5.6280	6.4320	6.2712	6.9144	5.3064	6.1104
			Con. (c)	4.9683	6.7282	5.6276	6.4380	6.2706	6.9841	5.2546	6.0727
			Ind. (%)	99.67	99.62	99.99	100.09	99.99	101.01	99.02	99.38
				ER (%) = 99.87		RSD (%) = 0.21					
Barbital	25	1	4	3.0872	2.5424	2.3608	2.7240	2.5424	3.2688	3.0872	2.7240
			Con. (c)	3.0922	2.5652	2.3588	2.7340	2.5428	3.2317	3.0686	2.7059
			Ind. (%)	100.16	100.90	99.92	100.37	100.01	98.86	99.40	99.33
				ER (%) = 100.27		RSD (%) = 0.39					

N. Number of points; J. Polynomial; K. Number of factors; sml. Simulated sample; SAM. Determined sample; Ind. Recovery for sml and percent of indicated weight for SAM; ER. Average recovery.

## 讨 论

将测得的吸收曲线进行褶合光谱分析时,最佳条件的选择主要由仪器自动完成,但吸收曲线波长范围的截取可通过人机对话进行选择,以获得更佳的测定结果。本文经试验截取的波长段为 210~290 nm, 间隔 2 nm, 结果满意。

文献报道标准法含量测定中,安替比林比色时酸度较高,测定结果的误差也较大;而巴比妥用银量法测定时,受多种因素的影响,滴定终点难以准确判断<sup>[3,7]</sup>。我们用标准法测定含量时也发现结果重现性极差,因此本文不用与标准法对照,而用已知浓度的模拟样品作为待测样品,将测得的浓度与配制浓度进行对照。

本法用整条(或一段)吸收曲线进行分析,信息量大,并且扩大了吸收曲线的微细差别,灵敏度高,应注意使吸收度测量的误差趋于最小。

## 参 考 文 献

- 1 吉林省卫生厅编. 吉林省药品标准. 1986 年版. 吉林: 吉林科学技术出版社, 1987: 349~350
- 2 袁继民, 崔敏, 唐宁平等. 高效液相色谱法测定安痛定注射液中三组分的含量. 中国医药工业杂志, 1990, 21: 22
- 3 马晓康. 三组分样品安痛定注射液含量测定——最小二乘—分光光度法. 药物分析杂志, 1987, 7: 246
- 4 徐艺立, 侯玉松, 李和等. Monte Carlo 面积拟合分光光度法同时测定安痛定注射液中各组分的含量. 药 学 学 报, 1989, 24: 774
- 5 Wu YT, Wang Gf, Gong HL *et al.* Application of computer-aided convolution curve method to spectrophotometric analysis. *J Med Coll PLA*, 1987, 2: 342
- 6 吴玉田, 王桂芳, 龚华礼等. 褶合曲线分析法应用于去痛片中四个组分的同时定量. 药 学 学 报, 1990, 25: 204
- 7 史延生, 董春. 滴定速度对安痛定注射液中巴比妥含量测定的影响. 药 学 通 报, 1986, 21: 145

# APPLICATION OF CONVOLUTION CURVE METHOD FOR SIMULTANEOUS DETERMINATION OF THREE COMPONENTS IN COMPOUND AMIDOPYRINE INJECTION

Y Hao and HH Qian

(General Hospital of Air Force, Beijing 100036)

**ABSTRACT** The convolution curve combined with PLS method was applied to the determination of amidopyrine, phenazone and barbital in compound amidopyrine injection without prior separation. The corresponding average recovery and the RSD were as follows: 99.84% and 0.15% for amidopyrine; 99.87% and 0.21% for phenazone and 100.27% and 0.39% for barbital.

**Key words** Convolution curve method; Amidopyrine; Phenazone; Barbital; Compound amidopyrine injection