

讨 论

1. 本法是在一阶导数高速脉冲极谱法(又名一阶导数差示脉冲极谱法 FDPP^[3])基础上建立起来的一种测试分析技术。本法除具有 FDPP 的溶液不需事先脱氧,分析速度快,灵敏度高,节省汞液,减少汞对人体的危害,经济简便等特点^[3-8]外,其本身特点是因采用了二阶导数处理,更加彻底地消除了背景干扰,显著提高了分辨率和灵敏度,特别适于电活性较差的物质的定量分析^[2]。

2. 将滴汞、施加脉冲电压、图象显示、扫描和打印等均采用微机控制,提高了样品分析的自动化程度。在上述条件下,用本法测定氯硝安定,其 SDPP 峰电位为 -0.05 V ($\text{pH} = 6.82$),检测限为 $9.5 \times 10^{-9} \text{ mol/L}$,可用于本品的痕量分析。

3. 滴汞间隔与富集时间对测定结果有一定影响,故每次试验应保持一致。

4. 本法应用范围较广,除用于本品的含量测定外,还可用于氟哌啶酮^[9]、奋乃静^[10]、卡那霉素^[11]、地塞米松磷酸钠^[12]等多种药物及其制剂的定量分析。

参 考 文 献

- [1] Haver VM, et al. Ther Drug Monit, 1988, 8:352
- [2] 梁云爱等. 药学报, 1992, 27:157
- [3] 梁云爱等. 药学报, 1992, 27:135
- [4] 梁云爱等. 新药研究与开发国际学术会议论文集(英文版), 1991, 225
- [5] 梁云爱等. 中国药科大学学报, 1991, 22:77
- [6] 梁云爱等. 中国抗生素杂志, 1991, 16(2):102
- [7] 梁云爱等. 中国医药工业杂志, 1991, 22:171
- [8] 梁云爱等. 药学期报通讯 1991, 9:25
- [9] 梁云爱等. 中国药科大学学报, 1991, 22:369
- [10] 梁云爱等. 中国医药工业杂志, 1992, 29:23
- [11] 梁云爱等. 山东医科大学学报, 1991, 29:352
- [12] 梁云爱等. 全国第二次青年药理学工作者最新研究成果学术交流会议论文集, 1990, 296~299

二阶导数紫外光谱法直接测定阿鲁散 II 号中阿斯匹林的含量

空军北戴河疗养院(河北 066106) 康雪莱 吴国海

阿鲁散为小儿解热、镇痛药,军队药品制剂规范中(85年版)^[1]已收载,其处方组成中含有苯巴比妥、阿斯匹林、淀粉。阿斯匹林的含量测定用碱中和法,由于在滴定过程中受温度的限制,要求温度在 10°C 以下滴定,而且操作复杂。为此我们对阿斯匹林与苯巴比妥的紫外光谱进行扫描,零级紫外光谱相互有干扰,用二阶导数紫外光谱法,在波长 $250 \sim 350 \text{ nm}$ 区内, ($\Delta\lambda = 2 \text{ nm}$),可消除苯巴比妥的干扰,直接测定阿斯匹林的含量,方法简便,结果准确,灵敏度高。

一、仪器与试剂

日本岛津 UV-260 型紫外分光光度计。

阿斯匹林对照品(上海第六制药厂,批号 88030); 苯巴比妥对照品(上海第四制药厂批号 871204); 无水乙醇(AR级)、淀粉(药用);阿鲁散三批(本院自制)。

二、导数光谱的绘制

精密称取 105°C 干燥至恒重的阿斯匹林 0.1 g , 苯巴比妥 0.1 g , 分别置于 100 ml 容量瓶中,加无水乙醇使之溶解并稀释至刻度、摇匀,备用。

测试条件: 波长范围 $250 \sim 350 \text{ nm}$, SLIT 1 nm , $\Delta\lambda = 2 \text{ nm}$, 纸速 20 mm/min 。

量取上述备用液,置 1 cm 石英吸收池中,在 $250 \sim 350 \text{ nm}$ 波长区间,以无水乙醇为

空白,分别绘制零阶及二阶导数光谱曲线。

从二阶导数光谱证明,在 $\lambda 291 \pm 1 \text{ nm}$ 处,阿斯匹林有一吸收峰,在此区间苯巴比妥的吸收曲线与基线基本重合,淀粉吸收为零,测量阿斯匹林的含量不受苯巴比妥与淀粉的干扰。用峰零法测定阿斯匹林的含量。利用仪器可直接测出导数的振幅值D。

三、标准曲线的制备

精密量取备用液适量,加无水乙醇分别稀释至0.3、0.5、0.7、0.9、1.0(mg/ml),同法绘制二阶导数光谱曲线,测定峰—零波长处的D值,并对数据做直线回归,经线性回归计算得: $y = 0.0784 + 0.453x$, ($r = 0.9996$ $n = 5$)。

实验证明,在浓度0.3mg~1.0mg范围内,线性关系良好,符合比耳定律。

四、回收率试验

按处方比例精密量取苯巴比妥40mg,阿斯匹林200mg,淀粉,加无水乙醇稀释至100ml,取稀释液8.75、10.00、11.25、12.50、13.75、15.00、16.25、17.50ml、分别置于50ml容量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,在波长 $291 \pm 1 \text{ nm}$ 处,依法测定吸收度,求得D值,由回归方程计算浓度值。

表1 回收率测定结果

编号	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	0.3500	0.3500	100.00
2	0.4000	0.4052	101.30
3	0.4500	0.4580	101.77
4	0.5000	0.4979	99.58
5	0.5500	0.5553	100.94
6	0.6000	0.6038	100.63
7	0.6500	0.6545	100.70
8	0.7000	0.6965	99.50

$$\bar{X}(\%) = 100.55 \quad CV(\%) = 0.8$$

五、稳定性试验

按上述方法配制备用液及样品溶液,在室温20℃条件下放置2、4、6、8小时,测得D值,几乎无变化。

表2 稳定性试验结果

D值	时 间 (h)			
	2	4	6	8
0.529	0.529	0.529	0.529	0.530

六、样品测定及方法比较

分别精密的称取三批样品重0.24g,置100ml容量瓶中,用无水乙醇分别加至刻度,分别量取该溶液7.5ml,置50ml容量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,在入 $291 \pm 1 \text{ nm}$ 处测得A值,求得D值,得相应浓度,并计算样品中阿斯匹林的百分标示量,同时以军队药品制剂规范规定的中和法测定,结果见表3。

表3 导数光谱法与中和法测定结果的比较

批号	导数光谱法		中和法	
	相当标示量(%)	CV(%)	相当标示量(%)	CV(%)
920212	100.93	0.54	101.02	0.6
920213	100.02		99.96	
920214	100.06		99.93	

* 均为三次测得平均值

参 考 文 献

[1] 中国人民解放军制剂规范 1985.126