

## 六、讨论

1. 本法用于息热痛注射液中对乙酰氨基酚的含量测定是根据朗伯—比尔定律  $A = E \cdot C \cdot L$ , 其一阶导数方程为  $dA/d\lambda = de/d\lambda \cdot C \cdot L$ ; 当比色杯厚度一定时,  $dA/d\lambda$  与  $C$  呈线性关系。据此原理绘制标准曲线, 测定息热痛注射液的  $dA/d\lambda$  值, 即可求出对乙酰氨基酚的含量。此法的优点是操作简便易行, 重现性好。

2. 配制模拟注射液, 按回收率试验项下测定条件及稀释步骤配制测定液进行稳定性试验, 结果见表 III。

表 3 稳定性试验 ( $\lambda 300 \pm 1 \text{ nm}$ )

t(h)	0	2	4	6
$dA/d\lambda$	-0.087	-0.087	-0.088	0.087

由表 3 可知, 测定溶液在  $\lambda 300 \pm 1 \text{ nm}$  处,  $dA/d\lambda$  值 6h 内无变化。

3. 样品测定时, 当用碱液首次稀释会发生浑浊, 这是由于较高浓度的盐酸异丙嗪在碱性条件下析出所致。经调 pH 值后, 即可澄明。经试验, 以水稀释或以碱液稀释后调至澄明, 再做第二次加碱液稀释对测定结果无影响, 关键是调整测定液的 pH 值在 12 左右, 否则结果不准确。

## 参 考 文 献

- [1] 中国药典, 二部, 1985: 112  
 [2] 徐嘉凉等, 药物分析杂志, 1984, 4(2): 124

## 紫外分光光度法测定吲哚拉新胶囊含量

福州市公费医疗第一门诊部 (福州 350001) 郑崇燮 许森文

吲哚拉新 (Indolacin) 系一新型非甾体抗炎药物。主要用于治疗急慢性风湿性关节炎与强直性脊椎炎和其它炎症性疼痛。其含量测定方法, 1987 年版《辽宁省药品标准》采用中和法<sup>[1]</sup>。此法取样量大, 终点变化不明显, 误差大。本文采用紫外分光光度法测定其含量, 具有简便、灵敏、快速、准确, 重现性好等特点, 结果满意。

### 1. 仪器

LAMBDA-15 紫外可见分光光度计 (美国 PE 公司); UV-240 分光光度计 (日本岛津); UV-250 分光光度计 (日本岛津); 7520 型分光光度计 (上海分析仪器厂); 751-G 分光光度计 (上海分析仪器厂); 7520 型分

光光度计 (上海分析仪器厂) [系省卫校]; X-4 型显微熔点测定仪 (北京第三光学仪器厂); 以上仪器均经校正。

### 2. 药品与试剂

吲哚拉新精制品——系本部由胶囊内容物经丙酮三次重结晶精制而成, 用中和法测定含量为 100.39%。按药典方法测定熔点为 166—167°C, 并经薄层色谱法检查无杂质斑点。吲哚拉新胶囊 (五批) 系沈阳第五制药厂出品; 丙酮 (分析纯); 乙醇 (分析纯)。

### 3. 溶剂的选择与测定波长的位置

根据本品性质, 用乙醇, 无水乙醇, 甲醇三种溶剂, 按中国药典规定进行试验<sup>[2]</sup>, 均符合要求。我们选用乙醇为溶剂。取本品精制

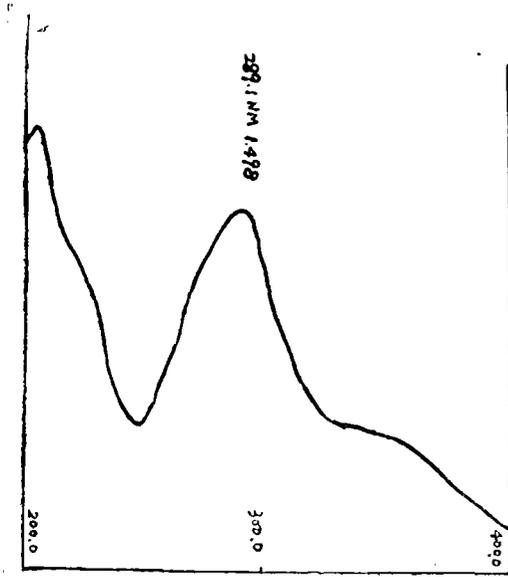


图 1 吡唑拉新的紫外吸收图谱

品制成含吡唑拉新  $6 \mu\text{g/ml}$  的乙醇溶液, 以乙醇为空白, 用 UV-250 紫外分光光度计, 在波长  $200-400 \text{ nm}$  范围内扫描, 结果在  $203 \text{ nm}$  及  $289 \text{ nm}$  波长处有最大吸收(见附图所示紫外吸收图谱), 故本文选用  $289 \text{ nm}$  为测定波长。

#### 4. 浓度与吸收度的关系

精密称取经  $105^\circ\text{C}$  干燥至恒重的吡唑拉新精制品适量, 用乙醇分别配成  $1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 \mu\text{g/ml}$  的乙醇溶液, 以乙醇为空白, 用三台不同型号的紫外分光光度计(美国 LAMBDA-15, 日本岛津 UV-240, 上海分析仪器厂的 7520 型分光光度计), 测定吸收度。并按药典要求及线性情况, 我们选用  $3-8 \mu\text{g/ml}$  线性较好的范围, 算出三台的  $\bar{A}$  值。见表 1

由表 1 可见, 吡唑拉新的乙醇溶液在  $3-8$

表 1 三台紫外分光光度计测定的吸收度与  $\bar{A}$  值

编 号	1	2	3	4	5	6
$\mu\text{g/ml}$	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0
LAMBDA-15(A)	0.225	0.306	0.375	0.450	0.523	0.607
UV-240(A)	0.227	0.298	0.373	0.445	0.515	0.591
7520型(A)	0.226	0.304	0.375	0.448	0.523	0.605
三台的 $\bar{A}$ 值	0.226	0.303	0.375	0.448	0.520	0.601

$8 \mu\text{g/ml}$  范围内与吸收度呈良好的线性关系。经统计学处理, 得吡唑拉新浓度 ( $\mu\text{g/ml}$ ) 对  $A$  的回归方程为

$$A = 0.00375 + 0.0743C$$

$$r = 0.9998 (n = 6)$$

#### 5. 稳定性试验

配制成  $6 \mu\text{g/ml}$  的吡唑拉新乙醇溶液在  $30^\circ\text{C}$  室温中, 放置  $0, 0.5, 1, 2, 4, 8, 12, 24$  小时, 在  $289 \text{ nm}$  波长处, 分别测定吸收度。结果表明, 在 24 小时内其吸收度, 无显著差异。见表 2

表 2 放置不同时间测得的吸收度 (A)

放置时间(h)	0	0.5	1	2	4	8	12	24
测得 A 值	0.607	0.606	0.606	0.605	0.608	0.605	0.607	0.606

$$\bar{A} = 0.606 \quad \text{RSD} = 0.18\% \quad n = 8$$

### 6. 吡啶拉新吸收系数 ( $E_{1\%}^{1cm}$ ) 的测定

精密称取经 105℃ 干燥至恒重的吡啶拉新精制品适量，用乙醇分别配制成浓度为 5 $\mu$ g/ml、6 $\mu$ g/ml、7 $\mu$ g/ml 的溶液，以乙醇为空白，分别用 5 台不同型号及同型不同台的紫外分光光度计在 289 $\pm$ 1nm 波长处测定吸收度，求出百分吸收系数 ( $E_{1\%}^{1cm}$ )。经统计学处理，确定吡啶拉新的  $E_{1\%}^{1cm}$  为 746. (n=30 RSD=0.84%)。

### 7. 样品的含量测定

取本品胶囊 20 粒，精密称定内容物，混匀。精密称取适量，加乙醇溶解并定量稀释制成 6 $\mu$ g/ml 的溶液，照上述方法测定，并

表 3 吡啶拉新胶囊两种方法测定的比较 (3 次均值)

编号	批号	相当标示量 (%)		
		紫外法 (%)		中和法 (%)
		吸收系数法	标准曲线法	
1	900202	102.07	102.00	103.90
2	900402	102.19	102.11	102.87
3	901202	102.61	102.57	102.53
4	910302	101.24	101.21	102.45
5	910303	101.37	101.35	100.00

与中和法比较，结果见表 3。

两法测定结果比较，经 t 值检验无显著差异。(P>0.05)

### 8. 回收率实验

精密吸取上述样品溶液 (根据以上样品测定结果) 数份，置 100ml 量瓶中，分别加入一定量的标准溶液，用乙醇稀释至刻度，配制成几种不同浓度的溶液，以乙醇为空白，在 289 $\pm$ 1nm 波长处测定其吸收度并计算回收率，测得 5 次平均回收率为 99.9%，RSD = 0.67%。

### 9. 小结

应用本法测定吡啶拉新的含量，目前国内有关文献尚未见报导。据以上实验表明，用紫外分光光度法测定吡啶拉新及其胶囊含量，具有简便、快速、灵敏、准确，重现性好，经济等优点，可应用于药厂产品的含量测定及医院制剂的快速定量测定。

### 参 考 文 献

- [1] 福建省科学技术情报研究所，吡啶拉新紫外分光光度法测定检索报告，1991.12
- [2] 辽宁省药品标准(1987年版)1987.490
- [3] 中华人民共和国药典(1990年版二部).1990.附录25

## 原子吸收法测定尼古丁的研究

长春市卫生学校 (长春 130031) 李 玫 张凌瀛 惠 春 张 璐  
解放军 208 医院 张恒弼 李向文

烟草生物碱的定量测定已经引起人们的极大兴趣，这种兴趣不仅是由于尼古丁在药理上可作为神经中枢的兴奋剂和麻醉剂，而且还因为含有尼古丁生物碱烟草的广泛使

用<sup>[1]</sup>以及对人的生活及生命的深刻影响。

烟叶里可以得到尼古丁碱，它在干燥烟草中的含量介于 1%~8% 之间。纯的尼古丁碱是一种无色、油状液体，燃烧时发出辛辣