

上述 8 种预处理技术, 根据萃取介质的物态可以分为固态介质的 SPE、SPME, 液态介质的 SLME、MMLLE、LPME、EE、CCD 和气态介质的 ME 等。

3 小结

色谱分析前处理技术的发展可以采用两条途径, 一是老方法的自动化、商品化, 二是采用新原理的新方法。以上介绍的新技术, 其原理不难理解, 但都需要特殊装置或材料, 实现起来有一定的技术难度。尽管如此, 这一领域的研究仍大有可为。

将来的趋势必定是发展很少乃至不用有毒有机溶剂的方法; 发展简单快速便宜的方法, 操作步骤很少, 尽量能集采样、萃取、净化、浓缩、预分离、进样于一身, 并适合野外、原位等特殊需求; 发展能处理复杂介质、痕量成分、特殊性质(如高极性、热不稳定性、难挥发性等)成分的方法, 发展方法的联用与自动化等等。因为只有克服了前处理这一“瓶颈”, 色谱分析乃至其它分析过程才能实现真正意义上的飞跃。

参考文献:

- [1] Majors RE. The changing role of extraction in preparation of solid samples[J]. LC- GC Int'l, 1996, 9(10): 638.
- [2] Pare JR, Belanger JM, Stafford SS. Microwave- assisted process (MAP): a new tool for the analytical laboratory. TrAC, 1994, 13(4): 176.
- [3] Ericson M, Colmsjo A. Dynamic microwave- assisted extraction. J Chromatogr, 2000, 877: 141.
- [4] Richter BE, Jones BA, Ezzel JL, *et al.* Accelerated solvent extraction: a technique for sample preparation. Anal Chem, 1996, 68(6): 1033.
- [5] Majors RE. New approaches to sample preparation. LC- GC Int'l, 1995, 8(3): 128.
- [6] Van der Hoeven RAM, Hofte AJP, Frenay M, *et al.* Liquid chromatography- mass spectrometry with on- line solid phase extraction by a restricted access C₁₈ column for direct plasma and urine injection. J Chromatogr, 1997, 762(1- 2): 193.
- [7] Owen PK, Karlsson L, Lutz ESM, *et al.* Molecular imprinting for bio- and pharmaceutical analysis. TrAC, 1999, 18(3):

146.

- [8] Zhang Z, Pawliszyn J. Headspace solid phase microextraction. Anal Chem, 1993, 65(14): 1843.
- [9] 陆 峰. 固相微萃取技术的原理、应用及发展. 国外医学药学分册, 1998, 25(3): 173.
- [10] Lord H, Pawliszyn J. Evolution of SPME technology. J Chromatogr, 2000, 885: 153.
- [11] Knutsson M, Nilve G, Mathiasson L, *et al.* Supported liquid membranes for sampling and sample preparation of pesticides in water. J Chromatogr, 1996, 754(1- 2): 197.
- [12] Jonsson JA, Mathiasson L. Liquid membrane extraction in analytical sample preparation. TrAC, 1999, 18(5): 318.
- [13] Shen Y, Jonsson JA, Mathiasson L. On- line microporous membrane liquid- liquid extraction for sample pretreatment combined with CGC applied to local anaesthetics in blood plasma. Anal Chem, 1998, 70(5): 946.
- [14] Thordarson E, Palmarsdottir S, Mathiasson L, *et al.* Sample preparation using a miniaturized supported liquid membrane device connected on- line to packed capillary liquid chromatography. Anal Chem, 1996, 68(15): 2559.
- [15] Pedersen- Bjergaard S, Rasmussen KE. Liquid- liquid- liquid microextraction for sample preparation of biological fluids prior to capillary electrophoresis. Anal Chem, 1999, 71(14): 2650.
- [16] Rasmussen KE, Pedersen- Bjergaard S, Krogh M, *et al.* Development of a simple in- vial liquid- phase microextraction device for drug analysis compatible with capillary GC, CE and HPLC. J Chromatogr, 2000, 873(1): 3.
- [17] van der Vlis E, Mazereeuw M. Development of a needle device for on- line electroextraction- liquid chromatography. J Chromatogr, 1996, 741(1): 13.
- [18] Liu Y, Lopez- Avila V, Alcaraz, *et al.* Centrifugal partition chromatographic extraction of phenols and organochlorine pesticides from water samples. Anal Chem, 1994, 66(24): 4483.
- [19] Pawliszyn J. New directions in sample preparation for analysis of organic compounds. TrAC, 1995, 14(3): 113.
- [20] Yang MJ, Pawliszyn J. Membrane extraction with a sorbent interface. LC- GC Int'l, 1996, 9(5): 283.
- [21] Segal A, Gorecki T, M ussche P, *et al.* Development of membrane extraction with a sorbent interface- micro GC system for field analysis. J Chromatogr, 2000, 873(1): 13.

收稿日期: 2001- 11- 15

差示分光光度法测定苯酚滴耳液中苯酚的含量

战克勤, 张军红, 朱美华, 山广志(山东省潍坊市人民医院, 潍坊 261041)

摘要 目的: 建立差示光谱法测定苯酚的含量, 排除辅料的干扰。方法: 在波长 288nm 处以苯酚在水和 0.1mol·L⁻¹NaOH 溶液中不同的紫外光谱, 测得差示吸收值(ΔA)为定量依据。结果: 平均回收率为 99.8%, RSD = 0.12%。结论: 方法简单准确。

关键词 差示分光光度法; 苯酚; 含量测定

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1006- 0111(2002)02- 0094- 02

Determination of content of phenol in ear-drops by differential spectrophotometry

ZHAN Ke-qin, ZHAN Jun-hong, ZHU Mei-hua, SHAN Guang-zhi (Weifang People's Hospital, Weifang, 261041, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish differential spectrophotometry method for determining phenol and to eliminate interference of excipient. **METHODS:** Determining ΔA different ultraviolet spectrum of phenol in 0.1 mol·L⁻¹ NaOH and water, detection wave length 288nm. **RESULTS:** The recovery was 99.8%, *RSD* = 0.12%. **CONCLUSION:** The method is simple and accurate.

KEY WORDS differential spectrophotometry; phenol; determination

《中国医院制剂规范》^[1]采用溴量法,测量苯酚滴耳液中的苯酚含量,此法操作繁琐,费时,本研究试用差示分光光度法测定其含量,操作简便,结果准确。

1 仪器及试剂

WFZ800-D2型紫外可见分光光度计(北京第二光学仪器厂),电光分析天平(国营长江科学仪器厂),苯酚、甘油均符合《中国药典》2000年版规定,苯酚滴耳液(本院制剂室)。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择

取苯酚适量,精密称定(约100mg),置于500ml容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,做为储备液。精密吸取该溶液2等份,每份5ml,各置50ml容量瓶中,分别用水和0.1 mol·L⁻¹氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。以前者为参比液,后者为样品液,在250~350nm波长范围扫描,结果在288nm的波长处有最大的差示吸收,而同法配制的甘油其差示吸收值 ΔA 为零,说明甘油对苯酚的测量没有干扰,故本研究中选择288nm为测定波长。

2.2 标准曲线的绘制

精密量取苯酚储备液(0.2 mg·mL⁻¹) 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0ml各2等份,分别置50ml容量瓶中,每组分别用水和0.1 mol·L⁻¹氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。以前者为参比液,后者为样品液,在288nm的波长处测定差示吸收度值 ΔA ,求得回归方程: $\Delta A = 0.00701 + 0.02596 C$, $r = 0.9997$ ($n = 5$)。

结果显示,苯酚浓度在4~30 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内与

ΔA 呈良好的线性关系。

2.3 回收率试验

精密称取苯酚适量,按处方比例配制苯酚滴耳液,精密吸取苯酚滴耳液1ml,置于100ml容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密吸取上述溶液1.0, 2.0, 4.0ml各2等份,照标准曲线绘制项下方法测定差示吸收度,通过回归方程,计算得平均回收率99.8%, *RSD* = 0.12% ($n = 5$)

2.4 稳定性试验

将回收率试验项下的测定溶液,室温放置,分别在0, 1, 2, 4, 24h测定其差示吸收度值无显著性变化,表明苯酚在24h内稳定性良好。

2.5 样品测定

精密吸取苯酚滴耳液适量,用差示分光光度法测定苯酚的含量并与溴量法进行比较,结果见表1。

表1 样品测定结果($\text{g}\cdot 100\text{mL}^{-1}$)

| 批号 | ΔA 法 | 溴量法 |
|----------|--------------|------|
| 20000714 | 1.94 | 1.92 |
| 20000926 | 2.08 | 2.11 |
| 20001226 | 2.03 | 2.06 |

3 结论

差示分光光度法测定苯酚滴耳液的含量,方法简便,测定的精密度和准确度高,测定结果与溴量法相近,尤其适宜医院制剂的快速检验,可做为医院制剂质量控制标准。

参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药政局编. 中国医院制剂规范西药制剂. 第2版[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1995: 155.

收稿日期: 2001-07-09