

结果表明,两种方法测定的结果是一致的( $P>0.05$ )。

### 五、结论与讨论

1. 经试验,四苯硼钠在 pH3.7 的酸性溶液中与山莨菪碱生成的沉淀颗粒较大,易于过滤且按 1:1 比例定量进行。

2. 在样品溶液中加入四苯硼钠液后,立即测定,或放置 0.5、1、2h 后测定所得结果一致。

3. 片剂、注射液中所加辅料,添加剂不干扰测定。

4. 四苯硼钠液不够稳定,温度高,酸度大均易分解,故采用回滴法并做空白校正以消除误差。

5. 本法简便、快速、准确,有良好的重现性,测定结果与药品标准法较一致,可用于山莨菪碱片及盐酸山莨菪碱注射液的含量测定。

### 参考文献

[1]辽宁省卫生厅. 辽宁省药品标准. 1987. 657

[2]天津市卫生局. 天津市药品标准. 1990. 540

## 紫外分光光度法直接测定复方苯甲酸酐(怀氏酐) 中水杨酸和苯甲酸各自的含量

上海市虹口区药品检验所(上海 200081) 周大中

**摘要** 本文采用双波长法,经过数学运算,只须测定两个波长处的吸收值,代入算式,即可直接得出复方苯甲酸酐中水杨酸及苯甲酸各自的含量,结果满意。此法较现使用的测“总酸量”法更为准确、可靠。

**关键词** 直接测定 复方苯甲酸酐 水杨酸 苯甲酸

中国医院制剂规范<sup>[1]</sup>(简称“规范”)和一些省市医院制剂手册<sup>[2]</sup>中均记载了复方苯甲酸酐(怀氏酐),但其含量测定均为测定“总酸量”,而未能将苯甲酸和水杨酸各自的含量分别测出。笔者试用双波长法,经过数学运算,只须测定两个波长处的吸收值,代入算式即可直接算出复方苯甲酸酐中水杨酸及苯甲酸各自的含量,结果满意。现介绍如下:

### 1 仪器和材料

紫外分光光度计(岛津 UV-240),水杨酸(分析纯),苯甲酸(分析纯),乙醇(分析纯)。

### 2 测定条件的选择

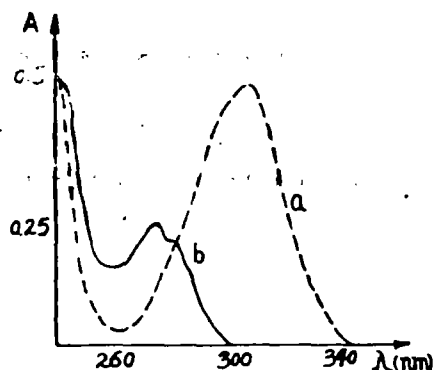
#### 2.1 溶液的配制及吸收光谱

##### 2.1.1 水杨酸醇溶液的吸收光谱

取水杨酸适量,用 70%乙醇溶解并配制成 0.002% 的溶液,照分光光度法,在 240—340nm 范围内自动扫描,在 260 处有最小吸收(波谷),在 302nm 处有最大吸收(附图)。

##### 2.1.2 苯甲酸醇溶液的吸收光谱

取苯甲酸适量,用 70%乙醇溶解并配制成 0.004% 的溶液,照分光光度法,在 240—340nm 范围内自动扫描,在 258nm 处有最小吸收,在 237nm 处有最大吸收,在 302nm 处无吸收(附图)。



附图 复方苯甲酸酐吸收光谱

a 水杨酸醇溶液

b 苯甲酸醇溶液

2.2 测定波长的选择及测试情况

根据有关文献<sup>[3]</sup>, 分别配制不同浓度的水杨酸, 苯甲酸的 70% 醇溶液, 在 302nm 处测定水杨酸的吸收值, 在 260nm 处测定水杨酸及苯甲酸的吸收值, 然后进行线性回归。

2.2.1 水杨酸的 70% 乙醇溶液在 302nm 处, 在浓度为 1.5—3.0mg/100ml 范围内, 得:

$$A_{水302nm} = 0.265C - 3.9 \times 10^{-3}$$

$$r = 0.9999 \quad (1)$$

2.2.2 水杨酸的 70% 乙醇溶液在 260nm 处, 在浓度为 1.5—3.0mg/100ml 范围内, 得:

$$A_{水260nm} = 0.01636C + 4.2 \times 10^{-3}$$

$$r = 0.9997 \quad (2)$$

2.2.3 苯甲酸的 70% 乙醇溶液在 260nm 处, 在浓度为 3.0—7.0mg/100ml 范围内, 得:

$$A_{苯260nm} = 0.0505C - 0.002$$

$$r = 0.9999 \quad (3)$$

2.2.4 根据  $A_{260nm} = A_{水260nm} + A_{苯260nm}$  及式(1)、(2)、(3)可得式(4)

$$A_{水260nm} = 0.01636C_{水} + 4.2 \times 10^{-3}$$

$$A_{苯260nm} = 0.0505C_{苯} - 0.0002$$

$$A_{水302nm} = 0.265C_{水} - 3.9 \times 10^{-3}$$

$$A_{260nm} = A_{水260nm} + A_{苯260nm}$$

$$= 0.1636C_{水} + 4.2 \times 10^{-3} + 0.0505C_{苯} - 0.0002$$

$$= 0.01636 \times \left( \frac{A_{水302nm} + 3.9 \times 10^{-3}}{0.265} \right) + 4.2 \times 10^{-3} + 0.0505C_{苯} - 0.0002$$

$$A_{260nm} = 0.06174A_{水302nm} + 2.408 \times 10^{-4} + 4.2 \times 10^{-3} + 0.0505C_{苯} - 0.0002$$

$$C_{苯} = 19.80A_{水260nm} - 1.2225A_{水302nm} - 0.08396 \quad (4)$$

3. 回收率试验

表 1 复方苯甲酸回收率试验结果

编号	加入量		测出量		稀释 100 倍		回收率	
	苯甲酸	水杨酸	苯甲酸	水杨酸	$A_{260nm}$	$A_{302nm}$	苯甲酸	水杨酸
1	0.4074	0.2126	0.4065	0.2120	0.244	0.558	99.78	99.70
2	0.4130	0.2142	0.4135	0.2151	0.248	0.566	100.12	100.42
3	0.4068	0.2680	0.4062	0.2679	0.253	0.706	99.85	99.96
4	0.4038	0.2012	0.4045	0.2000	0.241	0.526	100.17	99.40
5	0.4036	0.2220	0.4306	0.2211	0.244	0.582	100.00	99.59
X							99.98	99.82
CV							0.17	0.39

4. 本法与“规范”法的比较

取不同批号之该制剂, 用本法及“规范”法测定, 其结果按标示量表示见表 2。

表 2 紫外法与规范法的比较

编号	紫外法		规范法		相差
	水杨酸%	苯甲酸%	总酸量%	总酸量%	
1	99.35	101.30	100.7	100.8	+0.1
2	104.56	106.13	105.6	105.4	-0.2
3	97.74	100.17	99.42	99.07	-0.3
4	100.34	97.28	98.22	98.01	-0.2
5	98.73	97.22	97.68	97.66	0

## 5 讨论

根据式(1)及式(4)分别测定复方苯甲酸酞中水杨酸及苯甲酸各自的含量、方法简单、结果满意,本法比现使用的“规范”法结果更为准确、可靠。

## 参考文献

- [1]中国医院制剂规范. 第一版. 1989:75  
 [2]上海市医院制剂手册. 第二版. 1988:154  
 [3]相秉仁主编. 药学计算. 第一版. 北京. 中国医学科技出版社. 1990:109

## 差示脉冲极谱法测定硝普钠含量的改进

第二军医大学药学院(上海 200433) 蒋长敏 季秉清

硝普钠(Sodium Nitroprusside)是一种速效、强效而作用短暂的扩血管药物,主要用于治疗高血压危象及急性心力衰竭等。硝普钠口服无效,临床上多以静脉滴注给药,但其水溶液极不稳定,见光易分解。硝普钠定量分析,国内主要采用电位法<sup>[1~2]</sup>、分光光度法<sup>[3~4]</sup>等。本文参照国外文献<sup>[5~7]</sup>,采用国产差示脉冲极谱仪测定硝普钠溶液含量,灵敏度高,专一性好。

## 一、仪器与试剂

F-78 脉冲极谱分析仪(复旦科教仪器厂);L23-204 函数记录仪(上海大华仪表厂);氮气(99.99%);高氯酸(AR);硝普钠(AR);亚铁氰化钾(AR)。

## 二、实验条件和方法

## 1. 实验条件

三电极体系:滴汞电极为工作电极,银/

氯化银电极为参比电极,铂电极为辅助电极。

状态选择:电流灵敏度  $2 \times 10^{-9}$  A/mv, 脉冲间隔 3S,衰减增益 2.5,扫描速度 2mv/s,脉冲振幅 50mv,扫描范围 0.1~0.6mv,补偿-1。

## 2. 方法

取适量样液于 10ml 容量瓶中,加入适量 HClO<sub>4</sub> 及 K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> 储备液,加水至刻度混匀,使溶液中 HClO<sub>4</sub> 浓度为 1M, K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> 浓度为 1mg/ml。将此液转移至测量池中,通氮气 10min 除尽氧气,扫描测定。操作过程中注意避光。

## 三、方法学评价

1. 标准曲线 精称硝普钠 0.12g,配成 100ml 储备液,到 0.2ml 稀释至 100ml,分别取该液 1~8ml 至 10ml 容量瓶中,按上述方法配成标准溶液,测定结果见表 1。

表 1 SNP 溶液标准曲线

浓度( $\mu\text{g/ml}$ )	0.239	0.478	0.717	0.956	1.195	1.434	1.673	1.912
峰高(mv)	2.63	4.50	6.47	8.39	10.33	12.49	14.44	16.26

以峰高对浓度回归分析:  $Y = 0.5936 + 8.2242C$   $r = 0.9998$

可见,在 0.2~2 $\mu\text{g/ml}$  浓度范围内线性关系良好。

2. 方法回收率 在已知硝普钠浓度的溶液中加入标准溶液,按上述方法测定,其方法回收率见表 2。

## 3. 精密性试验

(1)单点多次扫描 取标准溶液按上述方法测定,重复扫描 5 次,结果见表 3。

(2)天内精密性 取标准溶液,在 24h 内重复测定 5 次,结果见表 4。

(3)日间精密性 取标准溶液 2 份,避光保存,分别在 3 天内测定,结果见表 5。