

转换曲线分光光度法测定溴咖合剂中咖啡因的含量

★ 黄晓巧 (江西省中医院 南昌 330006)

★ 习丹 (江西省人民医院 南昌 330006)

关键词:转换曲线分光光度法;溴咖合剂;咖啡因;含量测定

中图分类号:TQ 460.7⁺2 文献标识码:A

溴咖合剂是临床主要用于调节中枢神经兴奋与抑制过程的平衡的常用口服制剂,该制剂中咖啡因的含量测定《中国医院制剂规范》(第二版)采用碘量法,因其操作比较繁琐,操作过程中碘液极易挥发,结果误差较大。本文采用转换曲线分光光度法,不经分离,直接测定,方法简便、准确。

1 仪器与试剂

岛津 UV-160A 紫外分光光度计(日本 Shimadzu), AE-240 电子天秤(瑞士 Mettler), 咖啡因(上海卫辉化学厂提供), 苯甲酸钠(江苏前卫化工厂), 溴咖合剂(本院自制), 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 吸收光谱的绘制及测定波长段的选择 精密称取一定量的咖啡因(C)和苯甲酸钠(B)适量,分别用盐酸(0.1 mol/L)溶液溶解并配成 10 μg/mL 的溶液,以盐酸溶液(0.1 mol/L)为空白,在 200~260 nm 波长段扫描,得吸收光谱,改变吸收度数据标度,可知两曲线的相切点对应的波长为 209.6 nm,故选择的波长段为 205~215 nm。

2.2 对照品溶液的配制及转换曲线绘制 精密称取 105 ℃ 干燥至恒重的 C 和 B 适量,分别用盐(0.1 mol/L)配制成含 C 9.16 μg/mL 和 B 11.27 μg/mL 溶液,在 200~260 nm 间扫描,并自 205~215 nm 每隔 1 nm 记录吸收度 A,在由同一波长处 C 和 B 的吸收度比值 A_C/A_B ,得出该波长处的转换值,见表 1。

对照品及混合样品在各波长处的转换值

波长/nm	对照品		样品				
	A_B	A_C/A_B	A_{M1}/A_B	A_{M2}/A_B	A_{M3}/A_B	A_{M4}/A_B	A_{M5}/A_B
205	0.391	2.5141	2.2673	2.4783	2.4962	2.2313	2.3563
206	0.318	3.1006	2.8038	3.0440	3.0826	2.8176	2.9417
207	0.274	3.5657	3.2687	3.4927	3.5478	3.2829	3.4066
208	0.250	3.8240	3.5271	3.7400	3.8061	3.5411	3.6651
209	0.238	3.8613	3.5644	3.7773	3.8432	3.5785	3.7204
210	0.236	3.7076	3.4107	3.6229	3.6898	3.4247	3.5488
211	0.242	3.4008	3.1037	3.3223	3.3828	3.1179	3.2417
212	0.253	3.0553	2.7584	2.9842	3.0372	2.7723	2.8963
213	0.270	2.6778	2.3809	2.6111	2.6599	2.3946	2.5186
214	0.293	2.2833	1.9866	2.2218	2.2654	2.0002	2.1245
215	0.327	1.8593	1.5628	1.8012	1.8415	1.6294	1.7603

2.3 混合组分样品溶液的配制及转换曲线的绘制 按溴咖合剂处方比例,用盐酸溶液(0.1 mol/L)配制混合组分样品 5 份(M_1 、 M_2 、 M_3 、 M_4 、 M_5),使成含 C 和 B 分别为 6.35、8.27 μg/mL;7.65、9.38 μg/mL;8.27、10.54 μg/mL;6.01、7.44 μg/mL;7.09、8.97 μg/mL。自 205~215 nm 每隔 1 nm 记录吸收度 A,同上法计算对应波长处的转换值 A_M/A_B ,见表 1。

2.4 混合组分样品的回收率测定 以对照品转换曲线上各

波长处的值为自变量(X),样品转换曲线上对应波长处的值为应变量(Y),建立一元线性方程,结果如下:

$$M_1: Y = 0.993\ 57X - 0.272\ 52, r = 0.999\ 8$$

$$M_2: Y = 0.983\ 04X - 0.016\ 36, r = 0.999\ 9$$

$$M_3: Y = 0.999\ 92X - 0.017\ 70, r = 1.000\ 0$$

$$M_4: Y = 0.986\ 66X - 0.237\ 86, r = 0.999\ 8$$

$$M_5: Y = 0.982\ 00X - 0.098\ 91, r = 0.999\ 8$$

将测定物咖啡因和干扰物苯甲酸钠的对照品浓度分别与截距和斜率相乘,即得混合组分样品中两者的浓度,并计算出样品 $M_1 \sim M_5$ 中 C 的回收率分别为 100.57%, 99.38%, 101.79%, 101.98%, 102.34%。平均回收率为 101.2%, $RSD = 0.73\%$ 。

2.5 样品测定 精密量取溴咖合剂适量,用盐酸(0.1 mol/L)稀释,照“2.3”实验项下方法测定并计算结果,与中国医院制剂规范测定的结果比较,结果见表 2。

表 2 样品结果比较($n=5$)

序号	本法		中制规范法	
	含量(%)	RSD(%)	含量(%)	RSD(%)
1	101.93	0.47	100.96	0.63
2	102.21	0.35	102.56	0.55
3	99.76	0.62	99.04	0.62
4	98.35	0.66	97.66	0.37
5	100.74	0.54	99.87	0.79

3 讨论

(1)本方法是利用化合物的吸收光谱曲线通过一定方式的变换可获一新的转换曲线,且对于混合组分,该转换曲线同样具有加和性,因此,将干扰组分的吸收光谱曲线转换成一平行于长轴的转换曲线,则被测组分的含量就可通过其转换曲线从混合组分中求出。

(2)在二组分体系中,对照品转换曲线的形态只与组成体系的各物质的光谱有关,而与浓度无关。

(3)选择的波长应在峰谷附近,且被测组分在选定波长处的吸收值应处于读数准确范围内。

(4)本方法简便,结果准确,适用医院制剂快速分析。

参考文献

- [1]韩柏年.转换曲线分光光度法的初探[J].药物分析杂志,1995,15(1):45
- [2]孙增先等.双长比值光谱法测定安钠咖注射液含量[J].中国医院药学杂志,2000,20(1):21
- [3]卫生部药政局主编.中国医院制剂规范[M].第2版,北京:中国医药科技出版社,1995.57

(收稿日期:2005-06-03)