

# 一阶导数光谱法测定联苯双酯滴丸中 联苯双酯的含量

浙江省台州地区药检所(浙江省临海市, 317000) 曹茂法 傅利道 袁国平

浙江温岭制药厂(浙江省温岭县, 317500) 陈华奇 林立红

**提要** 本文采用一阶导数光谱法测定联苯双酯滴丸中的联苯双酯含量, 以266 nm峰和289 nm谷间振幅为含量测定依据, 排除了赋形剂干扰, 操作简便, 结果准确, 回收率为100.3%, CV=0.23%。

**关键词** 含量测定; 联苯双酯滴丸; 一阶导数光谱

联苯双酯是一种具有明显降低谷丙转氨酶作用的, 治疗慢性肝炎的药物。其滴丸的含量, 北京市标准<sup>[1]</sup>, 浙江省标准<sup>[2]</sup>均采用紫外分光光度法, 由于丸心辅料PEG-6000, 吐温-80及糖衣辅料滑石粉、蔗糖、阿拉伯胶、石蜡、柠檬黄等对测定有干扰, 需去除糖衣, 提取、离心(或较长时间静置)、蒸干、加热溶解等, 操作繁琐费时, 重现性差, 结果偏低。本文采用一阶导数光谱法测定其含量, 可排除赋形剂干扰, 不需去除糖衣、蒸干、加热溶解等操作, 简便、准确, 平均回收率为100.3%, CV=0.23%。

## 仪器与试药

岛津 UV-265FW 型分光光度计, 瑞士梅特勒 AE-240 电子天平

联苯双酯 由浙江温岭制药厂提供  
PEG-6000、吐温-80、蔗糖、石蜡、阿拉伯胶、柠檬黄等均为药用规格。

氯仿、乙醇均 AR 级

## 方法与结果

### 一、导数光谱测定条件试验

精密称取联苯双酯40 mg, 加氯仿溶解,

稀释至100 ml, 取适量, 加乙醇稀释成16  $\mu\text{g/ml}$ 的溶液, 并按处方比例配制赋形剂溶液及模拟样品溶液。在250—350 nm波长范围内分别扫描零阶光谱和一阶导数光谱(图1、2)。

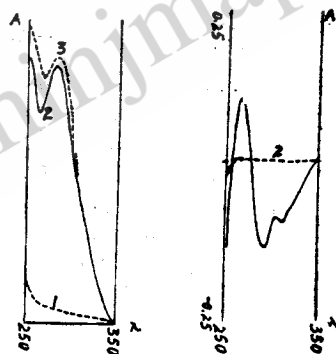


图1 零阶导数光谱

图2 一阶导数光谱

- (1) 赋形剂吸收曲线 (1) 联苯双酯一阶导数吸收  
(2) 联苯双酯吸收曲线 (2) 赋形剂一阶导数吸收  
(3) 模拟处方吸收曲线

图1表明零阶光谱辅料有干扰。

图2可见, 联苯双酯的一阶导数光谱有一波峰和两个波谷, 而辅料的一阶导数光谱与基线基本重合, 仅在靠近260 nm波长处有吸收。用仪器“峰波长检测方式”功能可

检出联苯双酯导数峰在266.5 nm, 导数谷分别在290 nm和314 nm, 辅料均无干扰, 选定266.5 nm峰和290 nm谷——峰谷法测定含量, 灵敏度较高。实验表明 $\Delta\lambda=2$  nm较合适。

## 二、联苯双酯一阶导数光谱的线性关系和回归方程

表1 联苯双酯浓度与振幅D关系

| 序 号                       | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      |
|---------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 样品浓度c( $\mu\text{g/ml}$ ) | 8      | 16     | 24     | 32     | 40     | 48     |
| 振幅D*                      | 0.0560 | 0.1150 | 0.1720 | 0.2310 | 0.2900 | 0.3450 |

\*: 振幅D为峰—谷吸收差值

求得相关系数r及回归方程如下:

$$r = 0.9999 \quad c = 137.99D + 0.1958$$

## 三、回收率试验

精密称取联苯双酯24, 26, 28, 30, 32, 34 mg与相应处方量辅料混匀、研细, 分次加氯仿研磨, 移入100 ml容量瓶中, 稀释至刻度, 静置10 min, 取上层液5 ml, 加乙醇至50 ml, 按实验条件扫描一阶导数光谱, 由回归方程计算回收率, 结果见表2。

表2 联苯双酯的回收率

| 序号 | 加入量<br>(mg) | 振 幅<br>D | 测得值<br>(mg) | 回收率<br>% | 平均值<br>% | CV   |
|----|-------------|----------|-------------|----------|----------|------|
| 1  | 24.19       | 0.1750   | 24.34       | 100.6    |          |      |
| 2  | 26.40       | 0.1900   | 26.41       | 100.0    |          |      |
| 3  | 28.21       | 0.204    | 28.34       | 100.5    | 100.3    | 0.23 |
| 4  | 30.51       | 0.2200   | 30.56       | 100.2    |          |      |
| 5  | 32.18       | 0.2320   | 32.21       | 100.1    |          |      |
| 6  | 34.32       | 0.2480   | 34.42       | 100.3    |          |      |

## 四、稳定性试验

将模拟处方按实验条件, 于24小时后扫描一阶导数光谱, 波长及振幅均无变化, 可见稳定性良好。

## 五、样品测定

取样品20粒(相当于联苯双酯30 mg),

精密称取联苯双酯40 mg, 置100 ml容量瓶中, 加氯仿适量使溶解, 稀释至刻度, 精密量取1、2、3、4、5、6 ml, 加无水乙醇至50 ml, 摇匀, 在250—350 nm范围内扫描得一阶导数光谱取266.5 nm和290 nm间的振幅D, 结果见表1。

研细, 按回收率项下方法测定含量, 并与常规紫外法比较, 结果见表3

表3 样品测定结果\*

| 样 品 编 号 | 导数光谱法<br>(%) | 紫 外 线<br>(%) |
|---------|--------------|--------------|
| 1       | 95.75        | 95.23        |
| 2       | 95.90        | 94.67        |
| 3       | 95.63        | 95.04        |
| 4       | 95.54        | 94.12        |
| 5       | 95.26        | 94.29        |

\*: 以上结果为4次测得平均值。

## 讨 论

- (1) 本法可用对照两点法测定含量。
- (2) 导数光谱可消除浊度背景影响<sup>[3]</sup>, 故本法静置时间可大大缩短。
- (3) 常规紫外法操作繁琐, 重现性差, 剥去糖衣后, 往往使含量偏低。本法操作简便, 结果准确可靠, 符合联苯双酯滴丸含量测定要求。

## 参 考 文 献

- [1] 北京市药品标准(83)京卫药检字第124号
- [2] 浙江省药品标准浙Q/WS—680—84
- [3] 于如暇等, 分析化学, 人民卫生出版社, 1986: 70