

一阶导数法测定三氮唑核苷片的含量

齐美玲* 王 鹏

(沈阳药学院药分教研室, 沈阳 110015)

三氮唑核苷为合成的广谱抗病毒药物, 其含片的含量测定目前主要采用凯代定氮法。本文用紫外法测定三氮唑核苷及制剂的含量。三氮唑核苷的水溶液(中性)在紫外区具有较强的近末端吸收($\lambda_{\text{max}} 207 \text{ nm}$), 直接用于测定有一定干扰; 为此, 本文在碱性条件下(pH 11.0)下, 使三氮唑核苷的紫外最大吸收峰位红移至221 nm。利用其一阶导数光谱的峰谷一零位值, ($\lambda_{\text{谷}} = 225 \pm 1 \text{ nm}$), 消除含片中各种辅料的干扰, 测定三氮唑核苷含片的含量。本法简便、快速、准确, 可用于该制剂的常规分析。

1 仪器与试药

UV-260双光束分光光度计(日本岛津); 25型酸度计(上海甘泉五金厂)。

三氮唑核苷精制品及含片均由本院药厂提供; 所用试剂均为分析纯。

2 光谱绘制和测定方法选择

精密称取三氮唑核苷精制品及空白辅料适量, 分别用硼酸碳酸钠缓冲液(pH 11.0)配成一定浓度的溶液, 以缓冲液为空白, 于200~400 nm波长范围内扫描, 分别绘制零阶光谱(图1)及一阶导数光谱(图2)。

根据图1、图2结果, 确定利用一阶导数谷一零法测定该制剂含量。吸收谷峰位为 $225 \pm 1 \text{ nm}$ 。利用仪器可直接读出谷一零处吸收值。

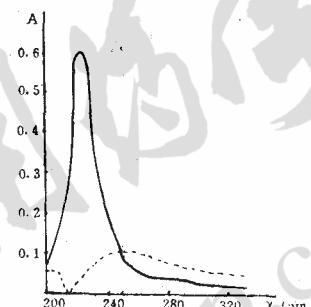


图1 零阶光谱

— 三氮唑核苷(20μg/ml)
… 空白辅料(5000μg/ml)

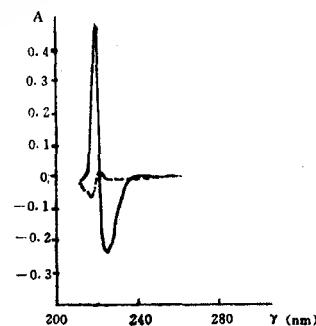


图2 一阶导数光谱

— 三氮唑核苷(20μg/ml)
… 空白辅料(5000μg/ml)

3 标准曲线制备

精密称取三氮唑核苷精制品250 mg, 置100 ml量瓶中, 加缓冲液适量使溶解, 稀释

*齐美玲, 女, 30岁, 1987年沈阳药学院药分专业硕士研究生毕业, 讲师。

至刻度，摇匀。精密量取 10.0 ml，置 100 ml 量瓶中，稀释至刻度，摇匀。分别精密量取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0 ml，置 25 ml 量瓶中，稀释至刻度，摇匀。依法绘制一阶导数光谱，在 $225 \pm 1 \text{ nm}$ 处读取谷一零吸收值，得回归方程为 $A = -8.80 \times 10^{-3} - 7.25 \times 10^{-3}C$ ($r = 0.9998$, $n = 7$)。

4 回收率试验

按三氮唑核苷含片处方比例，模拟配制成三批片粉，置 100 ml 量瓶中，加缓冲液适量，振摇使溶解并用缓冲液稀释至刻度，摇匀。滤过。分别精密量取续滤液适量，于 25 ml 量瓶中，稀释配制成一定浓度的溶液，摇匀。测定谷一零吸收值。平均回收率为 99.9%，RSD 为 0.33% ($n = 9$)。

5 样品测定

取本品 20 片，精称，研细。精称片粉适

量(约相当于三氮唑核苷 10 mg)，置 50 ml 量瓶中，加缓冲液适量，振摇，使溶解并稀释至刻度，摇匀。滤过。精密量取续滤液 5.0 ml，置 25 ml 量瓶中，加缓冲液至刻度，摇匀，测定。

本文利用一阶导数法和凯代定氮法同时对四批样品进行了测定。测定结果见表。由表 1 可见，本法测定结果与凯代定氮法测定结果基本一致。

表 样品测定结果(标示量%)

批号	本法(%)	RSD(%)	定氮法(%)
910112	99.3	0.23	99.0
910120	98.1	0.48	98.4
911226	98.2	0.36	98.0
920121	97.9	0.47	97.6

收稿日期：1992—08—29