

荧光法测定磺胺嘧啶钠注射液的含量

夏维杰 柳雅君 (沈阳军区总医院药剂科, 沈阳 110015)

孙国祥 (沈阳药科大学分析教研室, 沈阳 110015)

磺胺嘧啶钠(SD-Na)注射液是一种常用的抗菌剂。中国药典收载的定量方法SD-Na用永停滴定法。本文提出用对二甲氨基苯甲醛为显色剂,在酸性条件下测定磺胺嘧啶钠所生成席夫氏碱的荧光。

用荧光法测定磺胺嘧啶钠注射液含量,具有简单、灵敏度高、线性范围宽的特点。

1 仪器与试药

930型荧光计,上海第三分析仪器厂, pHs-2型

酸度计,上海雷磁仪器厂。

磺胺嘧啶钠(SD-Na)纯品,中国药品生物制品检定所。

对二甲氨基苯甲醛(分析纯); 2%对二甲氨基苯甲醛,用1 mol/L盐酸配制。

SD-Na 标准溶液(含SD-Na 32.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$),用去离子水配制。

磺胺嘧啶钠注射液,市售品。

2 实验方法

2.1 实验条件

2.1.1 SD-Na 吸收曲线 准确取SD-Na标准溶液7.00 ml于25 ml容量瓶中,加入2%对二甲氨基苯甲醛显色剂5.00 ml和无水乙醇10.0 ml,去离子水稀释至刻度,摇匀。以0.40%对二甲氨基苯甲醛溶液为参比,用WFZ800-D₂型紫外可见分光光度计测定360~520 nm的吸光度得SD-Na的吸收曲线见图1,从而确定其最大吸收波长为450 nm。

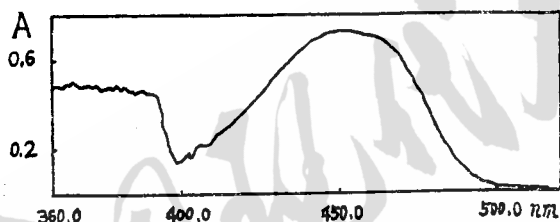


图1 SD-Na 吸收曲线

2.1.2 滤光片的选择 根据SD-Na和对二甲氨基苯甲醛所生的席夫氏碱的最大吸收波长为450.1 nm,选择400 nm带通滤光片为激发滤光片,为避开溶剂的拉曼光波长(乙醇459 nm,对二甲氨基苯甲醛494 nm),本文选择510 nm截止滤光片为荧光滤光片,经实验证明在此条件下SD-Na工作曲线的线性很好。

2.1.3 显色剂用量 分别精密取SD-Na标准溶液3.00 ml于6支25 ml容量瓶中,各加入2%对二甲氨基苯甲醛显色剂1.00、3.00、5.00、7.00、9.00、12.00 ml,各加10.0 ml无水乙醇,均用去离子水稀释至刻度,摇匀,再配制各自的空白溶液,测定其荧光值 $F-F_0$,结果表明显色剂用量在4.00~12.00 ml时,溶液的荧光强度恒定,见图2。本文选用5.0 ml。

2.1.4 乙醇用量 精密取SD-Na标准溶液各3.00

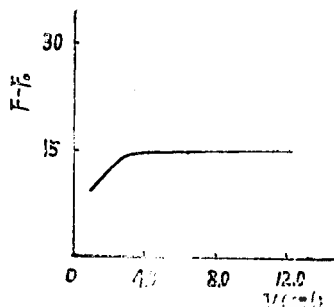


图2 显色剂用量曲线

ml于6支25 ml容量瓶中,各加入2%对二甲氨基苯甲醛显色剂5.00 ml,再分别加无水乙醇0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00、12.00 ml,均用去离子水稀释至刻度,摇匀,测定其荧光值F,结果表明显色化合物的荧光强度随乙醇用量增加而增大,见图3,本文选乙醇用量为10.0 ml。

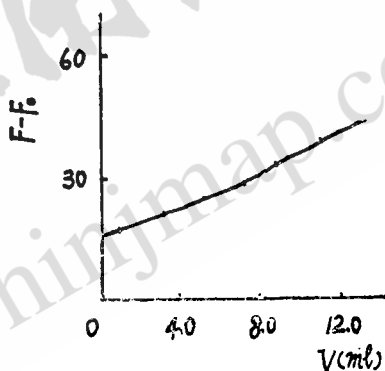


图3 乙醇用量曲线

2.1.5 溶液酸度 准确取SD-Na标准溶液各2.00 ml于9支25 ml容量瓶中,各加入2%对二甲氨基苯甲醛显色剂5.00 ml,加无水乙醇10.0 ml,再分别加入1.0 mol/L氢氧化钠0、2.50、4.50、4.70、4.80、4.85 ml,另3支中分别加入1 mol/L HCl 2.50、7.50、8.00 ml,均用去离子水稀释至刻度,摇匀,测定其荧光值F并测定各自的pH值,可知在pH=0.8~2.0之间荧光值变化不大,pH=6.0时,溶液黄色消逝,并产生白色沉淀,见图4。本文选择加入显色剂后(溶液的pH $\approx$ 1.0)直接测定F值。

2.1.6 稳定性实验 本文条件下SD-NA的显色化合物在1 hr内荧光强度稳定。

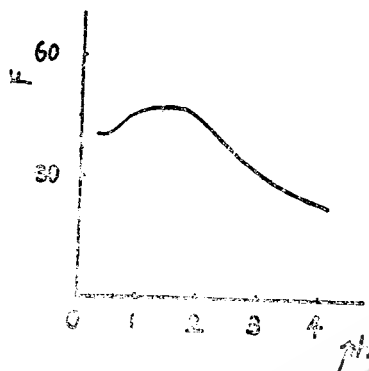


图4 溶液 pH 的影响

2.2 测定方法

2.2.1 工作曲线

精密取 SD-Na 标准溶液 0、0.10、0.30、0.70、1.00、1.50、2.00、2.30 ml 于 7 支 25 ml 容量瓶中,各加入 2% 对二甲氨基苯甲醛显色剂 5.00 ml,加无水乙醇 10.0 ml,均用去离子水稀释至刻度,摇匀,测定其荧光值 F ,得回归方程为:

$$F - F_0 = 2.9688 + 10.4808C \quad (r = 0.9920)$$

这证明 SD-Na 在 0.13~3.0 $\mu\text{g/ml}$ 时线性成立。

2.2.2 回收实验 取磺胺嘧啶钠注射液(标示量 0.4 g) 6 支,准确定容至 250 ml,再准确取此溶液 1.00 ml 定容至 250 ml,得到 38.4 $\mu\text{g/ml}$ 的样品溶液。分别精密取样品液 1.00 ml 置于 5 支 25 ml 容量瓶中,再分别加入 SD-Na 标准溶液 0、0.20、0.40、0.60、1.00 ml,各加入 2% 对二甲氨基苯甲醛显色剂 5.00 ml 和无水乙醇 10.0 ml,用去离子水定容至刻度,摇匀,测定上述溶液的荧光值,再平

行测定 3 次并计算回收率结果见表 1, 平均回收率为 99.6%, $\text{RSD} = 1.9\%$ 。

表 1 回收实验结果

混合液	SD-Na 加入值(μg)	SD-Na 回收值(μg)	平均回收率(%)	n
1	0.26	0.256	98.6	4
2	0.52	0.523	100.6	4
3	0.78	0.760	97.4	4
4	1.30	1.320	101.6	4

2.2.3 样品测定 取上述 38.4 $\mu\text{g/ml}$ 样品液 1.00 ml 于 25 ml 容量瓶中,加入 2% 对二甲氨基苯甲醛显色剂 5.00 ml,加入无水乙醇 10.0 ml,用去离子水稀释至刻度,摇匀,配制相应的空白溶液,测定其荧光值并按高浓度回归方程计算样品含量。同法再测定样品 6 次,测得该批号样品含量为标示量的 97.3%, $\text{RSD} = 1.2\%$, $n = 7$ 。再配制另外 2 个批号的样品溶液同法测定标示量分别为 98.2%, $\text{RSD} = 1.3\%$, $n = 7$; 97.8%, $\text{RSD} = 1.0\%$, $n = 7$ 。

实验表明五日内样品测定结果的精密度为: $\text{RSD} = 2.3\%$

3 结果讨论

通过测定对二甲氨基苯甲醛与磺胺嘧啶钠所生成席夫氏碱的荧光,从而建立了用荧光法测定磺胺嘧啶钠注射液的含量,所用显色反应迅速且稳定,方法简便、灵敏,线性范围为 0.13~3.0 $\mu\text{g/ml}$ 。这为分析磺胺嘧啶钠注射液的含量提供了一种高灵敏度的仪器分析方法。