

• 医院药学 •

复方苯巴比妥散中苯巴比妥的差示分光光度测定法

雷力力¹ (佳木斯医学院附属第一医院, 佳木斯 154002)

方洪壮 (佳木斯医学院药理学系, 佳木斯 154003)

摘要 以 pH 8.04 与 pH 5.91 的磷酸盐缓冲液为溶剂, 240 nm 为测定波长, 用差示分光光度法测定了复方苯巴比妥散中苯巴比妥的含量。苯巴比妥的回收率为 99.7%, 相对标准差为 0.8%。实验结果满意。

关键词 复方苯巴比妥散 苯巴比妥 差示分光光度法

复方苯巴比妥散由阿斯匹林、苯巴比妥及乳糖组成, 其中苯巴比妥的含量控制有银量法^[1]及紫外分光光度法的报道^[2]。鉴于该银量法的终点观察困难, 紫外法由于测定条件下阿斯匹林的水解使其不易掌握, 我们根据苯巴比妥、阿斯匹林及水解产物水杨酸不同 pH 条件下的紫外吸收特征, 采用差示分光光度法测定了苯巴比妥的含量。本法简便准确, 无干扰。

1 仪器与药品

756MC 型分光光度计(上海第三分析仪器厂), pH 5.91 和 8.04 磷酸盐缓冲液, 苯巴比妥(佳木斯化学制药厂, 经乙醇重结晶), 复方苯巴比妥散(自制)。

2 实验方法与结果

2.1 测定波长的选定

分别以 pH 5.91 和 8.04 的缓冲液为溶剂配制阿斯匹林(10 $\mu\text{g}/\text{ml}$)、水杨酸(10 $\mu\text{g}/\text{ml}$)和苯巴比妥(20 $\mu\text{g}/\text{ml}$)纯组分溶液, 以相应缓冲液为空白, 在 200~300 nm 波长范围间隔 1 nm 测定各组分溶液的吸光度, 绘制差示图谱。结果显示, 在 pH 5.91 和 8.04 条件下, 阿斯匹林和水杨酸的紫外光谱重合, 差示吸光度为零, 苯巴比妥的差示光谱在 240 nm 有最大吸收峰。故测定波长选为 240 nm。

2.2 加合性和稳定性

于 240 nm 测定苯巴比妥(7.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$)、阿斯匹

林(30 $\mu\text{g}/\text{ml}$)、水杨酸(5 $\mu\text{g}/\text{ml}$)纯组分溶液和同样浓度的混合液的吸光度, 结果表明各组分在测定条件下吸光度加合性良好。混合液于自然光下放置, 其差示吸光度 4 小时保持不变。

2.3 工作方程

取苯巴比妥适量, 精密称定, 加少量乙醇溶解后, 用水稀释。分别取不同体积的溶液各两份, 用缓冲液制成浓度为 3、6、9、12、15、18 和 21 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液, 在 240 nm 波长处, 分别以相应的缓冲液为空白测吸光度。以吸光度之差 $\Delta A = A_{8.04} - A_{5.91}$ 对浓度 C 进行回归, 计算工作方程。结果为:

$$\Delta A = 2.429 \times 10^{-3} + 3.240 \times 10^{-2} C \quad r = 0.9999 \quad (n = 7)$$

2.4 回收率试验

取相当于 10~16 mg 的苯巴比妥的模拟复方苯巴比妥散, 精密称定, 置 200 ml 量瓶中, 加入 20 ml 无水乙醇, 振摇 5 min, 加入适量水, 待乳糖溶解后用水稀释至刻度。取溶液 5 ml 两份, 分别置 50 ml 量瓶中, 分别用 pH 8.04 和 5.91 的缓冲液稀释至刻度。以相应的缓冲液为空白, 在 240 nm 波长处测吸光度, 经工作方程计算。模拟制剂中苯巴比妥的平均回收率为 99.7%, RSD 为 0.8% ($n = 6$)。

2.5 样品测定

1 雷力力, 女, 37岁, 副主任药师, 1982年毕业于佳木斯医学院药理学系

取复方苯巴比妥散Ⅰ号和Ⅱ号0.16g,Ⅲ号0.12g,精密称定,置200ml量瓶中按回收方率法测定含量。另以银量法测定样品。结果见附表。

t检验表明两法准确度上无显著差别($\alpha=0.05$)。

3 讨论

3.1 阿斯匹林在pH 5~9范围内,水解速度相同,产生等量的水杨酸^[3],本法的差示pH条件为

附表 苯巴比妥的测定结果($n=3$)

样 品	本法(%)	银量法(%)
Ⅰ	100.3 ± 0.8	99.8 ± 1.0
Ⅱ	99.6 ± 0.8	98.9 ± 0.4
Ⅲ	98.9 ± 0.3	99.4 ± 0.6

8.04和5.91,故阿斯匹林的水解对测定无影响。

3.2 本法所选用的两缓冲液在200~300nm波长

具有相同的吸光度差, ΔA 值约为-0.006。故各有关测定时,分别以相应的缓冲液为空白,而不直接用pH 5.91的溶液做参比。

3.3 处方中乳糖在测定波长处无紫外吸收。

3.4 本法简便准确,可用于复方苯巴比妥散中苯巴比妥的含量测定。

参 考 文 献

- 1 济南部队后勤部卫生部.药局技术操作手册.济南,山东科学出版社,1982.337~340
- 2 于盛茂,赖新平,张燕.双波长吸收光谱系数倍率法测定复方苯巴比妥散的含量.药学学报,1989,24(3):229
- 3 周维书、陆丽珠译.药物的化学稳定性.北京:人民卫生出版社,1983.129~132

收稿日期:1996-06-26

Determination of Phenobarbital in Compound Phenobarbital Powder by
differential Spectrophotometry

Lei Li-li

(The First Affiliated Hospital of Jiamusi Medical College, Jiamusi 154003)

Fang Hong-zhuang

(Department of Pharmacy, Jiamusi Medical College, Jiamusi 154002)

Abstract With phosphate buffers of pH 8.40 and pH 5.91 as the solvents, the content of phenobarbital in compound phenobarbital powder has been determined at wavelength of 240 nm. The average recovery was 99.7% and the relative standard deviation was 0.8%. The experimental result was satisfactory.

Key words compound phenobarbital powder, phenobarbital, differential spectrophotometry
(on page 46)