

一阶导数分光光度法测定溴咖合剂中咖啡因含量

王灵杰(嵊州 312400 浙江嵊州市药品检验所)

摘要 目的:改进溴咖合剂中咖啡因含量测定的方法。方法:采用一阶导数分光光度法直接测定溴咖合剂中咖啡因含量,测定波长为 287nm, $\Delta\lambda$ 为 2nm。结果:处方 1、2 和处方 3 的平均回收率和 *RSD* 分别为 100.33% 和 0.57% ($n=6$)、101.01% 和 0.81% ($n=6$)。结论:方法简便,快速准确,可作为该制剂 3 种不同处方中咖啡因含量的测定。
关键词 溴咖合剂;咖啡因;测定;一阶导数分光光度法

Determination of caffeine in Pavlov's mixture by first order derivative UV spectrophotometry

Wang Lingjie (Wang LJ) (Shengzhou Institute for Drug Control, Shengzhou 312400)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To improve the methods to determine the contents of caffeine in Pavlov's mixture. **METHODS:** First order derivative spectrophotometry was used to determine the contents of caffeine in Pavlov's mixture without preparation. The samples were determined by UV at 287nm and $\Delta\lambda$ 2nm. **RESULTS:** The average recovery for prescription 1&2 was 100.22% and the *RSD* ($n=6$). The average recovery for prescription 3 was 101.01% and the *RSD* was 0.81% ($n=6$). **CONCLUSION:** The method is simple and accurate. It can be used to determine the contents of caffeine in three different prescriptions in Pavlov's mixture.

KEY WORDS Pavlov's mixture, caffeine, determination, first order derivative UV spectrophotometry

溴咖合剂为常用的医院制剂,其含量测定常采用碘量法[中华人民共和国卫生部药政局编.中国医院制剂规范.第1版.北京:中国医药科技出版社,1995:57.],该法操作较繁琐、费时,用紫外分光光度法直接测定则不能排除苯甲酸钠的干扰,本文采用一阶导数分光光度法直接测定文献[中华人民共和国卫生部药政局编.中国医院制剂规范.第1版.北京:中国医药科技出版社,1995:57.]中3种不同处方中的咖啡因含量,操作简便、快速准确,结果较为满意。

1 仪器与试药

UV-260 分光光度计(日本岛津);7520 型分光光度计(上海分析仪器厂);咖啡因(熔点标准品,中国药品生物制品检定所);苯甲酸钠、苯甲酸、溴化钾均为分析纯试剂;溴咖合剂(医院制剂)。

2 实验方法与结果

2.1 光谱曲线的绘制:按处方配比,分别称取咖啡因、苯甲酸钠和苯甲酸、溴化钾适量,用水配制成适宜的浓度,以水作空白,在 219~310nm 波长范围内扫描,分别绘制零阶和一阶导数光谱图。在咖啡因最大吸收波长 273nm 处,苯甲酸钠(苯甲酸)有较强的紫外吸收,不宜

采用紫外法测定。在波长 287nm 处, 咖啡因有一最大的吸收谷, 而从 287nm 波长起至 310nm 波长苯甲酸钠(苯甲酸)和辅料的吸收值恰好与零线基本重合。

2.2 测定条件的选择: 经实验精选后确定, 在 287nm 波长处, 苯甲酸钠(苯甲酸)和辅料的一阶导数振幅值基本为零, 而咖啡因在此波长有一最大吸收谷, 故选择 287nm 波长为咖啡因的测定波长, 采用谷零法, 以该波长处的导数振幅值 D_{287} 作为咖啡因的定量信息。测定条件: 波长范围为 219 ~ 310nm, $\Delta\lambda$ 为 2nm, 狭缝 2nm, 扫描速度为 40nm/min。

2.3 稳定性试验: 按处方比例, 配制一定浓度的咖啡因、苯甲酸钠(苯甲酸)和辅料的的标准液及混合液, 在室温下放置 0, 2, 4, 8 和 24h 后, 以同等条件测定 287nm 波长处的 D_{287} 值, 结果表明, 在 24h 内 D_{287} 值无变化。

2.4 标准曲线测定: 精密称取 105℃ 干燥至恒重的咖啡因标准品 50.0mg, 置 100ml 量瓶中, 用水振摇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取该液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 和 4.0ml 于 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 以水作空白, 分别在 219 ~ 310nm 波长范围内测定一阶导数光谱, 并读取 287nm 波长处的谷零振幅值 D_{287} , 经计算求得回归方程: $c = -64.2202D_{287} + 0.0115$, $r = 0.9999$ ($n = 8$)。结果表明, 咖啡因浓度在 2.5 ~ 20.0 $\mu\text{g/ml}$ 范围内与其一阶导数振幅值 D_{287} 呈良好的线性关系。

2.5 回收率试验: 精密称取 105℃ 干燥至恒重的咖啡因标准品约 50mg, 置 100ml 量瓶中, 并按处方 1 和 2、处方 3 中的配比分别加入苯甲酸钠、苯甲酸和溴化钾, 用水振摇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2.0ml 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 以水作空白, 按标准曲线项下方法, 测定导数振幅值 D_{287} , 代入回归方程计算含量, 结果如表 1、表 2。

表 1 溴咖合剂回收率测定结果(处方 1, 2)

编号	投入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	47.3	47.6	100.63		
2	50.3	50.2	99.80		
3	52.4	53.0	101.15	100.33	0.57
4	50.0	49.8	99.60		
5	48.5	48.6	100.21		
6	49.6	49.9	100.60		

表 2 溴咖合剂回收率测定结果(处方 3)

编号	投入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	57.3	58.3	101.75		
2	58.7	59.9	102.04		
3	60.2	60.5	100.50	101.01	0.81
4	61.9	62.4	100.81		
5	59.6	59.5	99.83		
6	62.6	63.3	101.12		

2.6 样品含量测定: 精密量取溴咖合剂适量(处方 1、2 取 2ml; 处方 3 取 10ml), 置 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml 置 50ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 照标准曲线项下方法测定导数振幅值 D_{287} , 代入回归方程计算含量, 并与碘量法进行比较, 结果见表 3、表 4。

表 3 样品测定结果(处方 1, 2) ($n = 3$)

编号	本 法		碘 量 法	
	标示量(%)	RSD(%)	标示量(%)	RSD(%)
1	99.51	0.70	98.65	0.74
2	100.35	0.56	99.90	0.83
3	96.66	0.71	96.97	0.91

表 4 样品测定结果(处方 3) ($n = 3$)

编号	本 法		碘 量 法	
	标示量(%)	RSD(%)	标示量(%)	RSD(%)
1	97.26	0.66	96.59	0.73
2	99.50	0.83	98.61	0.69
3	99.31	0.91	99.23	0.87

3 讨 论

3.1 本法实验中苯甲酸钠咖啡因中无水咖啡因按 48.5% 计、苯甲酸钠按 51.5% 计, 在同一咖啡因浓度条件下, 虽然处方 3 中苯甲酸钠(苯甲酸)含量较处方 1、2 中大 1.56 倍, 但从实验结果来看, 本法用于测定咖啡因的结果差异较小, 均可采用本法直接测定。

3.2 为适应基层单位的检验条件, 本法也可在数显式分光光度计上进行手工测定, 测定时吸收值应准确读至 0.001, 经比较, 测定结果与 UV-260 型分光光度计的结果无明显差异。

3.3 本法适用于不加食用色素着色的溴咖合剂。

收稿日期: 1998-04-21