

进行了比较。虽然光声信号对浓度呈线性响应,但是作为一种薄层色谱定量方法来说灵敏度比较差。

光声光谱法在药物分析及其它方面的应用

除上面提到光声光谱在紫外、可见及红外光谱法中的应用外,光声光谱也可用于圆二色谱的测定。从左和右圆偏振光之间调节得到的光声信号,是由它们的吸收(即圆二色性谱)之间的差产生的。光声圆二色谱的优点之一是,能够容易地测得大块结晶的圆二色谱,而用透射法测定时要求制成光学薄的样品。

用压电转换器检测的光声光谱法曾用于溶液中痕量多环烃类化合物的检出。并对光声光谱或荧光检测的灵敏度作了比较。

光声光谱还具有其它用途,迄今已知它能代替声发射作为检查细微裂缝的探伤工具,也曾用于探查半导体缺陷。光声法可用作显象技术,激光扫描装置提供的光学薄膜的热波图象能用来研究厚度为 $6\sim 70\mu\text{m}$ 的薄膜片,测定时照射样品的正面,以考查塑料薄片和漆层。该作者认为这种技术可应用于如皮肤病学和聚合物等学科的研究,也可用于检查压制药片的层压平面。

光声光谱技术还可作为比色法测定光量

子效应。曾被用于测定水杨酸钠以及其它一些物质的量子效应。

有两篇文章独立地论述了光声光谱在医药方面的应用,都是有关测定心得安的问题。未包衣的心得安片置玛瑙乳体中研磨,然后将粉末装入封闭于气体微音器光声池中的铝质样品盘中,分别测定近红外及紫外光谱。乳糖以及碳酸镁对心得安的近红外测定有干扰,碳酸镁的干扰程度较轻,但它们在紫外区仅有轻微的干扰。正是由于这种缘故,所述方法不适于作常规分析之用。另外一篇文章考查了心得安和碳酸镁混合物的近红外和紫外光声光谱。在紫外区光声信号与浓度不呈线性关系,这是由于两种成分的颗粒之间发生了相互作用。然而,于 $2.2\mu\text{m}$ 或 $1.72\mu\text{m}$ 波长处的近红外测定可得到线性结果,不过在这些波长处的干涉使得测定复杂化。这些经验趋向于表明在光声光谱法发展的现阶段,这种技术主要是一种探索性定性工具,还不能应用于定量测定。据报道通过求导出一阶和二阶导数光谱可使紫外光声光谱的分辨能力得到提高。

[The Pharmaceutical Journal《药学杂志》,230(6218):326~329,1983(英文)]

沈克温译 韩永平校 戴富宝审

旋光法测定维生素C注射液含量

解放军第118医院

韩保民

维生素C注射液含量测定目前大都采用碘量法,此法准确但测定时间较长,且易受注射液中附加成分的干扰,用于注射液的快速分析仍不方便、迅速。根据维生素C具有旋光性的特点,我们试用旋光法测定其含量,通过实验,结果满意。

实验部分

一、仪器与试剂

1. WZZ-1型自动指示旋光仪。精度 0.01° (上海光学仪器修理厂)
2. 维生素C、注射用(批号:80040889上海第二制药厂)
3. 维生素C注射液、10%(本院自制)
4. 乙二胺四乙酸二钠、亚硫酸氢钠

(AR)

5. 无水碳酸钠 (CP)

6. N/10碘液

二、测定条件的提出

为建立合适的测定方法, 我们首先测定了维生素 C 注射液的旋光度, 发现维生素 C 注射液的旋光度增大, 共测五批注射液, 结果见表 1。

表 1 维生素 C 注射液的旋光度

批号	注射液浓度(%)	旋光度	比旋度
821108	10%	+23.21°	+116.05°
821109	10%	+22.96°	+114.80°
821110	10%	+22.94°	+114.70°
821112	10%	+22.99°	+114.95°
821114	10%	+23.10°	+115.50°

10% 维生素 C 水溶液的比旋度 $[\alpha]_D^{20}$ 为 +20.5°—+21.5°, 平均值为 +21°, 则旋光度为 +4.2°。表 1 中注射液也是 10% 浓度, 但比旋度却大大超过上述数值。由此推测, 在维生素 C 注射液中另有某种也具有旋光性的物质, 或某种成分能使维生素 C 的旋光度增大, 维生素 C 注射液处方组成如下:

维生素 C	10.0g
无水碳酸钠	3.10g
亚硫酸氢钠	0.30g
乙二胺四乙二钠	0.002g
注射用水加至	100ml

通过各成分配对试验, 证明注射液旋光度增大的原因是由于处方中加入碳酸钠之故, 即维生素 C 与碳酸钠作用生成维生素 C 钠盐, 导致旋光度增大。处方中其它成份对旋光度均无影响。为了证明维生素 C 注射液旋光度增大与碳酸钠用量之关系, 做了下列试验:

1. 取维生素 C 10g, 无水碳酸钠 1.55g (处方量减半), 加注射用水溶解使成 100ml, 依法测定旋光度, 为 +14.445°, 此时溶液中的维生素 C 只有一半被中和生成钠盐, 所测得旋光度值乃一半维生素 C, 一半

维生素 C 钠盐的旋光度值之和, 由于未全部生成钠盐, 旋光度值低于注射液的旋光度值。

2. 取维生素 C 10g, 无水碳酸钠 4.65g (处方量增半) 加注射用水溶解使成 100ml, 依法测定旋光度为 +23.46°。此时溶液中维生素 C 全部被中和生成钠盐, 旋光度值提高, 达到最大值, 但过量的碳酸钠并不干扰旋光度值。因此以上实验证明维生素 C 只有全部生成钠盐, 旋光度才能到达最大值。

从维生素 C 注射液处方组成中的维生素 C 与无水碳酸钠用量之比可知维生素 C 可全部生成钠盐, 因此, 每一批维生素 C 注射液都有一旋光度恒定值, 只要测出维生素 C 钠盐的标准旋光度值, 求出含量测定计算因数, 即可据此进行维生素 C 注射液的含量测定。

三、测定方法与结果

1. 标准溶液的制备与比旋度测定

为了求出含量测定的计算因数, 则需精确配制维生素 C 钠盐的溶液并测出其比旋度。

方法: 精密称取维生素 C 10.0000g, 置 100ml 烧杯中, 加适量水使溶解完全; 精密称取无水碳酸钠 3.1000g, 加适量冷水使溶解完全后, 缓缓加入维生素 C 溶液中, 边加边搅至不再发生 CO₂ 气泡, 定量转移至 100ml 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 用 2dm 测定管依法测定旋光度并求出比旋度, 结果见表 2。

2. 含量测定计算因数的确定

按公式 $[\alpha]_D^{20} = \frac{100 \cdot \alpha}{L \cdot C}$ 则 $C = \frac{100 \cdot \alpha}{L[\alpha]_D^{20}}$
 $= K \cdot \alpha$, 当 $L = 2 \text{ dm}$, $[\alpha]_D^{20} = +116.80$
 时, 含量测定因数 $K = 0.427^\circ$ 。含量测定时, 只需测出某批维生素 C 注射液的旋光度与 0.4278 相乘, 即得检品中维生素 C 的百分含量。

表2 维生素C钠盐的比旋度

维生素C 加入量	无水碳酸 钠加入量	全量	旋光度	比旋度
				$[\alpha]_D^{20}$
10.0000g	3.10000g	100ml	+23.40°	+117.0°
10.0000g	3.10000g	100ml	+23.30°	+116.5°
10.0000g	3.10000g	100ml	+23.40°	+117.0°
10.0000g	3.10000g	100ml	+23.36°	+116.7°
10.0000g	3.10000g	100ml	+23.40°	+117.0°
均值±标准差 (%)			116.86° ±0.23	
变异系数(%)			0.19	

3. 样品测定

取维生素C注射液装入2dm测定管中，依法测定旋光度与0.4278相乘，即得。用本法测定五批维生素C注射液的含量，并同时用碘量法测定结果见表3。

表3 旋光法与碘量法测定结果的比较

样品批号	标示量 (%)	测定结果(%)		误差 (%)
		旋光法	碘量法	
821108	10	9.93	9.98	-0.05
821109	10	9.82	9.80	+0.02
821110	10	9.81	9.86	-0.05
821112	10	9.84	9.80	+0.04
821114	10	9.88	9.96	+0.04
平均值(%)		9.86	9.86	
变异系数(%)		0.5	0.7	

* 以碘量法为准

表4 回收率测定结果

编号	维生素C加入量	测得量	回收率
	(g)	(g)	(%)
1	10.0000	10.04	100.4
2	10.0000	9.945	99.45
3	10.0000	9.968	99.68
4	10.0000	9.945	99.45
5	10.0000	9.906	99.06
6	10.0000	9.959	99.59
7	10.0000	9.931	99.31
平均值(%)			99.56
变异系数(%)			0.4(n=7)

4. 回收率测定

用本法进行回收率测定，结果见表4。

讨 论

一、采用旋光法测定维生素C注射液的含量是基于维生素C的旋光性。维生素C自身旋光度较小，其10%水溶液的旋光度为+4.2°，而其注射液由于维生素C生成钠盐而使旋光度增大，从而测定误差相对减小，有利于含量测定。

二、本实验证明，当溶液中含维生素C 10%，无水碳酸钠3.1%（或按照此比例量增减）时，维生素C全部生成钠盐，其比旋度为一常数（+116.86±0.02）；又在维生素C注射液处方中，无水碳酸钠与维生素C用量之比为3.1:10（100ml中），这一比例量足以使维生素C全部生成钠盐（也有的处方是加入碳酸氢钠或结晶碳酸钠）。因此，维生素C注射液的比旋度也应接近上述常数（由于配制注射液时不可能精密称量，故注射液的比旋度总是接近上述常数），据此拟定含量测定方法。

三、维生素C不稳定，易被氧化生成去氢抗坏血酸，并进一步分解为L-2,3-二酮古罗糖酸（2,3-diketo-L-gulonic acid）和L-阿糖酸（L-threonic acid），这些分解产物也具有右旋光性，因而可能对本法测定有干扰。考虑到这一情况，本实验还作了维生素C注射液加碘氧化后的旋光度测定，结果表明：氧化后的注射液旋光度大幅度下降，从而不会引起旋光法测定时的“假旋光性”，说明本法有一定专一性。

四、本实验结果表明测定维生素C注射液含量与碘量法测定结果基本一致，最大绝对误差为-0.05%，准确性较好。

五、5%、10%、12.5%的维生素C注射液，可直接测定，25%的浓度则应经稀释后（可稀释至10%或12.5%）再测定。

小结：本法与碘量法相比，具有操作方便、测定迅速、计算简单、不用试剂、不受

注射液中附加成分的干扰等优点。适用于维生素C注射液的快速分析。

紫外分光光度法测定人血清中氨茶碱浓度

解放军第202医院药剂科 稿 杨 李国秀

氨茶碱有直接舒张支气管平滑肌的作用，从而缓解或解除支气管哮喘，疗效确切，是目前临床最常用的平喘药物之一。但氨茶碱有效治疗浓度较小(5~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$)，个体差异大，当血药浓度低时，不能有效缓解哮喘，血药浓度过高时又可出现心律失常、抽搐等严重毒性反应。因此对哮喘患者给药个体化、最佳化，开展氨茶碱血药浓度监测工作势在必行。

紫外分光光度法测定血清中氨茶碱浓度，国内外报道很多，我们对南京军区总医院药理科所报道的方法结合本院具体情况作了一些改进。经一年来对32例患者81次的监测，结果较为满意。

一、方法

(一) 标准溶液：用氨茶碱标准品直接配制或用茶碱药典品、氨茶碱注射液等按中国药典(1977年版)做茶碱含量测定后，以测定值配成1 mg/ml水溶液备用。

(二) 测定波长选择：据文献报道，茶碱在紫外区的特征吸收峰值在274 \pm 1nm处，谷值在298 \pm 1nm处，但因仪器的不同测定波长也会有所变动，我们从茶碱在UV-120型分光光度计扫描结果判断，特征峰值于276nm处，谷值在310nm处(见图1)。

二、最低检出限度试验

氨茶碱的有效血药浓度为5~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ，也有报道为10~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。所使用仪器的检出能力应在最低有效血药浓度以下，否则无法进行检测，因此在制作标准曲线前，应做最低检出限度试验。

方法，以空白血清0.5ml为对照管，再

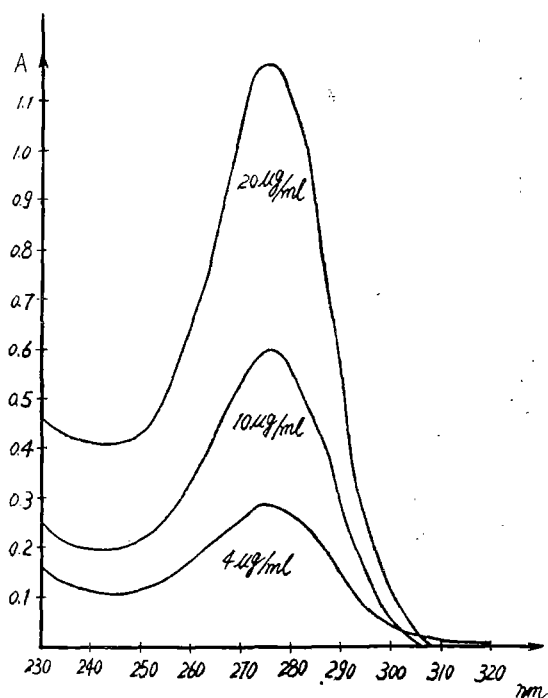


图1 不同浓度茶碱在UV-120型分光光度计中吸收值

配制含茶碱5~8 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的血清管0.5ml。各管加入0.1N盐酸0.4ml，此时溶液pH为5，摇匀，各精加9:1氯仿异丙醇溶液5ml，振荡2分钟，离心5分钟(2000~3000转/分)，弃去水层，精取氯仿异丙醇层4ml，各精加0.1N NaOH液4ml，振荡2分钟，于上述确定的波长处测定各管的峰值与谷值，结果如表1。

表1 不同浓度茶碱在峰谷波长处吸收值

浓度 C	$A_{\lambda 276}$	$A_{\lambda 310}$	$\Delta A(276-310\text{nm})$
空白	0.055	0.030	0.025
5 $\mu\text{g}/\text{ml}$	0.085	0.026	0.059
6 $\mu\text{g}/\text{ml}$	0.089	0.027	0.062
7 $\mu\text{g}/\text{ml}$	0.093	0.023	0.070
8 $\mu\text{g}/\text{ml}$	0.097	0.020	0.077