

表4 不同酸度 10ng/ml 标准汞液测定的影响

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (N)	0	0.5	1.0	1.5	2.0	1.44	1.44	1.44	1.44	1.44
HNO <sub>3</sub> (N)	0	0	0	0	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
A	0.06	1.43	1.53	1.55	1.56	1.56	1.59	1.63	1.65	1.66

1.6N左右。

3. 测定时读数与还原剂SnCl<sub>2</sub>的量有关,我们在测定50ng/ml标准汞液时,加入不同量的还原剂(20%SnCl<sub>2</sub>),实验证明以2ml SnCl<sub>2</sub>最合适,若还原剂用量过大,虽有利于汞的还原,但会使反应总体积增大而影响测定灵敏度。20%SnCl<sub>2</sub>溶液在使用时最好临用前配制。

4. 低浓度的HgCl<sub>2</sub>在室温也有一定挥发性,尤其如0.1μg/ml的HgCl<sub>2</sub>,极不稳定,所以必须使用当天配制,而且当在配制标准汞溶液时,加入KMnO<sub>4</sub>后,最好在临测定前再用盐酸羟胺还原,因发现,加盐酸羟胺后的溶液稳定性是随时间减小的。

5. F-732测汞仪是目前国内测汞较普遍使用的仪器,操作简便,灵敏度也较高(不低于0.1μg/l),但由于仪器的日间重现性不是很好,所以每次样品测定时都必须做标准线,以减小误差。

参考文献

[1] Kenneth W. Official Methods of

Analgsis of A.O.A.C.1984: 468

[2] Ronald W. MARTS, J.Assoc. off; Anal Chem 66: 1421, 1983

[3] 周恒铎: 尿中汞测定,职业中毒检验,人民出版社,1976; 132

[4] C.A.Johnson: Analytica Chimica Acta, 82: 79~82, 1976

[5] F.R.Barrett; The Analyst, 81: 298; 1956

[6] D.Gardner; Anal Chem Acta, 108; 13, 1979

[7] Irving Sunshine; Methodology for Analtdical Toxicology 226

[8] 日本药学会,药毒物化学试验法注解(下)(日本)1984: 311

[9] CRAIG D.SALISBURY; J.Assoc off Anal Chem 68 (2): 218, 1985

[10] F-732测汞仪说明书

[11] Cyrus Feldman; Anal Chem 46: 1607 1974

[12] H.M.Stahr; Analytical Toxicoloy Methods Manual, 1980: 172

## pH指示剂吸收度比值法的改进

浙江医科大学药物分析教研室 沈向忠 史慧珍

pH指示剂吸收度比值法是一种容量法和分光光度法相结合的差示定量法。该法系精密称取一定重量范围的样品,准确加入一

定量的标准液及合适的指示剂溶液,加水定容后,在指示剂的酸式色、碱式色最大吸收波长处分别测得吸收度A<sub>1</sub>、A<sub>2</sub>,计算吸收度比

当  $r = \frac{A_2}{A_1 + A_2}$ ，然后从事先已建立起来的吸收度比值  $r$  与中和度倒数  $X$  工作曲线中查得相应的中和度倒数  $X$ ，便可进行样品的含量计算<sup>(1,2)</sup>。此法测定弱酸性或弱碱性药物及其盐类，比非水法准确性好，精密度高，且可克服非水法所用试剂价贵、腐蚀性强，标准液浓度易受温度影响等缺点<sup>(3)</sup>，测定时不需要确定滴定终点，在药物分析中显示了较大的优越性。但此法称样量大，称量范围非常狭窄，见表1，称量时往往很难控制在要求范围内，不仅称量困难，并且往往造成药品的浪费，影响了测定速度及方法的广泛使用。我们试图通过适当改变标准液的加入量，使样品称量范围展宽。如果药品称量超

出了规定范围的上下限，可适当增加或减少标准液的加入量，使  $r$  值仍然落在合适的范围内。以枸橼酸钠为例：20.00ml 2mol/L 的盐酸标准液可作用3.4408g枸橼酸钠，假如标准液加入量在18~22ml范围内变动，便可使枸橼酸钠由原先的称量范围3.434f~3.475fg扩大到3.44g的±10%。如果称取枸橼酸钠3.6000g，则所需加入计算量的标准液为  $\frac{3.6000}{3.4408} \times 20 = 20.92\text{ml}$ ，实际操作中加21.00ml，则可使  $r$  值仍落在合适范围内，而不影响此法的准确性。这样，一般的称量要求即可满足本法的需要。我们以枸橼酸钠，氨基比林为例用改进法进行了一系列试验，结果满意。

表1 本法测定某些药物的称量范围<sup>(2-7)</sup>

药物	枸橼酸钠	氨基比林	盐酸硫胺	盐酸吡多辛	甲氧苄氨嘧啶	扑尔敏	水杨酸钠
称量范围(g)	0.343f~ 3.475f	2.295f~ 2.342f	0.6543f~ 0.6948	0.41069f~ 0.41259f	0.2860f~ 0.2932f	0.3900f~ 0.3916f	3.159f~ 3.227f

注：f为标准液浓度校正因子

## 实验部分

### 一、药品与仪器

枸橼酸钠：广东台山化工厂，AR

氨基比林：上海医药采购供应站药用品72型、751G型分光光度计(上海分析仪器厂)

### 二、操作

(一) 枸橼酸钠：取干燥品约3.44g，精密称定，用滴定管准确加入计算量的2mol/L盐酸标准液，振摇使溶，准确加入乙醇25ml，1%麝香草酚蓝溶液1ml，加水至50ml，摇匀。以水为空白，于440、550nm波长处测定吸收度，计算  $r$  值，从  $r-X$  工作曲线上查得相应  $X$  值，代入公式计算：

$$C_6H_5Na_3O_7\% = \frac{0.17204 \times f \cdot X \cdot V'}{W}$$

$V'$ —准确加入的计算量标准液(ml)

$W$ —取样量(g)

(二) 氨基比林：取干燥品约2.312g，精密称定，用滴定管准确加入计算量的0.5mol/L盐酸标准液，振摇使溶。加溴酚蓝溶液1ml，加水至50ml，摇匀。以水为空白，于437、591nm波长处测定吸收度，计算  $r$  值，从  $r-X$  工作曲线上查得相应  $X$  值，代入公式计算：

$$C_{13}H_{17}N_3O\% = \frac{0.1156 \times f \cdot X \cdot V'}{W} \times 100。$$

$V'$ —准确加入的计算量标准液(ml)

$W$ —取样品(g)

### 三、结果

以改进法和原法分别对枸橼酸钠和氨基比林进行了一系列含量测定，结果见表2。

### 讨论

从上述结果可见，改进法与原法测定结果基本一致。改进法克服了原法存在的非常

表2 改进法与原法测定结果比较

药物	原 法		改 进 法			
	称量范围(g)	平均含量(%)	称量(g)	所加计算量标准液(ml)	含量(%)	平均含量(%)
枸 橼 酸 钠	3.4409~ 3.4802	100.03 CV = 0.10	3.7054	21.50	99.88	99.97 CV = 0.12
			3.3456	19.50	100.00	
			3.8470	22.50	100.10	
			3.6068	21.00	99.78	
			3.7850	22.00	100.02	
			3.2708	19.00	100.04	
氨 基 比 林	2.3156~ 2.3721	99.83 CV = 0.09	2.4136	21.00	99.56	99.75 CV = 0.14
			2.3950	21.00	99.61	
			2.4222	21.00	99.91	
			2.4838	21.50	99.85	
			2.2824	19.50	99.82	
			2.3922	21.00	99.73	

狭窄的称量范围的缺陷,从而节省称量时间,加快测定速度,并可避免样品的浪费。改进法结果准确,较原法更简便、快速,可广泛用于弱酸性、弱碱性药物及其制剂的含量测定。

## 参 考 文 献

1. 姜心如: 国外医学参考资料——药学分册, 5 (6): 352, 1978.
2. 南京药学院主编: 药物分析, 江苏科学技术出版社, 259—260, 441, 1981.
3. 马广慈: 药物分析杂志, 3 (3) 171, 1983.
4. 邓必麟: 药学通报, 21 (9): 519, 1986.
5. 黄秀荣, 医药工业, 9: 15, 1983
6. 闰爱春等: 中国医院药学杂志, 7 (5): 218, 1987
7. 安登魁主编: 药物分析, 55—57, 人民卫生出版社, 1986

## 狗血和尿中布洛芬简便而灵敏的比色测定法

Hiroshi Fujise (名古屋大学医学部卫生系)

兵 冰译 吴玉田校

为了研究布洛芬的吸收和排泄过程, 本文提出一种能从血浆和尿液中分离和测定布洛芬2-(4-异丁基苯基丙酸)的方法。

对布洛芬的代谢过程, 前人已有研究报告。Adams等人采用溴甲酚紫显色的纸上层析法。根据斑点的面积和强度测定布洛芬的含量。他们还用放射性同位素的方法测定布