

5 讨论

根据式(1)及式(4)分别测定复方苯甲酸酞中水杨酸及苯甲酸各自的含量、方法简单、结果满意,本法比现使用的“规范”法结果更为准确、可靠。

参考文献

- [1]中国医院制剂规范. 第一版. 1989:75
 [2]上海市医院制剂手册. 第二版. 1988:154
 [3]相秉仁主编. 药学计算. 第一版. 北京. 中国医学科技出版社. 1990:109

差示脉冲极谱法测定硝普钠含量的改进

第二军医大学药学院(上海 200433) 蒋长敏 季秉清

硝普钠(Sodium Nitroprusside)是一种速效、强效而作用短暂的扩血管药物,主要用于治疗高血压危象及急性心力衰竭等。硝普钠口服无效,临床上多以静脉滴注给药,但其水溶液极不稳定,见光易分解。硝普钠定量分析,国内主要采用电位法^[1~2]、分光光度法^[3~4]等。本文参照国外文献^[5~7],采用国产差示脉冲极谱仪测定硝普钠溶液含量,灵敏度高,专一性好。

一、仪器与试剂

F-78 脉冲极谱分析仪(复旦科教仪器厂);L23-204 函数记录仪(上海大华仪表厂);氮气(99.99%);高氯酸(AR);硝普钠(AR);亚铁氰化钾(AR)。

二、实验条件和方法

1. 实验条件

三电极体系:滴汞电极为工作电极,银/

氯化银电极为参比电极,铂电极为辅助电极。

状态选择:电流灵敏度 2×10^{-8} A/mv, 脉冲间隔 3S,衰减增益 2.5,扫描速度 2mv/s,脉冲振幅 50mv,扫描范围 0.1~0.6mv,补偿-1。

2. 方法

取适量样液于 10ml 容量瓶中,加入适量 HClO₄ 及 K₄Fe(CN)₆ 储备液,加水至刻度混匀,使溶液中 HClO₄ 浓度为 1M, K₄Fe(CN)₆ 浓度为 1mg/ml。将此液转移至测量池中,通氮气 10min 除尽氧气,扫描测定。操作过程中注意避光。

三、方法学评价

1. 标准曲线 精称硝普钠 0.12g,配成 100ml 储备液,到 0.2ml 稀释至 100ml,分别取该液 1~8ml 至 10ml 容量瓶中,按上述方法配成标准溶液,测定结果见表 1。

表 1 SNP 溶液标准曲线

浓度(μg/ml)	0.239	0.478	0.717	0.956	1.195	1.434	1.673	1.912
峰高(mv)	2.63	4.50	6.47	8.39	10.33	12.49	14.44	16.26

以峰高对浓度回归分析: $Y = 0.5936 + 8.2242C$ $r = 0.9998$

可见,在 0.2~2μg/ml 浓度范围内线性关系良好。

2. 方法回收率 在已知硝普钠浓度的溶液中加入标准溶液,按上述方法测定,其方法回收率见表 2。

3. 精密性试验

(1)单点多次扫描 取标准溶液按上述方法测定,重复扫描 5 次,结果见表 3。

(2)天内精密性 取标准溶液,在 24h 内重复测定 5 次,结果见表 4。

(3)日间精密性 取标准溶液 2 份,避光保存,分别在 3 天内测定,结果见表 5。

表 2 方法回收率

加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	平均回收率	CV%
4.78	4.76	99.58		
7.17	7.09	98.88		
14.34	14.45	100.77	99.70	0.636
16.73	16.66	99.58		

表 3 单点多次扫描精密度

峰高(mv)	12.94	12.99	13.01	12.97	12.98
浓度($\mu\text{g}/\text{mv}$)	1.501	1.507	1.510	1.505	1.506
$\bar{C} \pm \text{SD}$	1.506 \pm 0.00315				
CV%	0.209				

表 4 天内精密度

峰高(mv)	11.24	11.07	11.18	11.06	10.95
浓度($\mu\text{g}/\text{mv}$)	1.295	1.294	1.287	1.273	1.259
$\bar{C} \pm \text{SD}$	1.278 \pm 0.0137				
CV%	1.08				

表 5 日间精密度

	峰高(mv)	浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)	峰高(mv)	浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)
第一天	11.24	1.295	7.97	0.897
第二天	11.40	1.314	8.12	0.915
第三天	11.18	1.287	7.88	0.886
$\bar{C} \pm \text{SD}$	1.299 \pm 0.0139		0.899 \pm 0.0148	
CV%	1.07		1.64	

四、讨论

1. 硝普钠水溶液不稳定是由于其活性基团 NO^+ 见光分解, 极谱法直接测定 NO^+ , 因而有较好的专一性。实验结果表明, 此分析方法线性、重现性均好, 灵敏度远高于分光光度法, 而且定量峰不受其降解产物及配伍中可能遇到的柠檬酸、葡萄糖、氯化钠等的干扰。

2. 我们曾采用 pH7.2 磷酸缓冲液为支持电解质, 在国内首次建立了极谱法测定硝普钠含量的方法^[8], 但该方法用于硝普钠体内血药浓度检测及透皮吸收研究, 其灵敏度还远远不够。本文采用 1M 高氯酸(内含 1mg/ml 亚铁氰化钾)为支持电解质, 灵敏度可达

10^{-7}M , 足以满足硝普钠溶液稳定性及透皮吸收研究的要求。能否用于体内硝普钠血药浓度检测, 还有待进一步研究。

参考文献

- [1]BP 1980,415
- [2]中国药典 85 版 1985(2):520
- [3]M. J. Frank et al. J Pharm Sci 1976;65(1):44
- [4]陈冠容 医药工业 1983,6:12
- [5]USP X XI 1985,975
- [6]Leeuwenkamp O. R. et al. Anal Chim Acta 1984,166, 129
- [7]Leeuwenkamp O. R. et al. Anal Chim Acta 1984,156, 51
- [8]季秉清 中国医院药学杂志 1991,11(1):5