

一阶导数紫外分光光度法测定地 巴唑片的含量

傅应华 (浙江嘉兴市卫生学校, 嘉兴 314001)

徐宏祥 (浙江嘉兴市药品检验所, 嘉兴 314001)

地巴唑是一种平滑肌松弛药, 对血管平滑肌有直接松弛作用, 临幊上用于治疗高血压、心绞痛及脑血管痉挛等病症。部颁药品标准(1989年版)采用氯仿提取一高氯酸非水滴定法测定含量, 本文采用一阶导数紫外分光光度法测定含量, 同时考察了样品的含量均匀度。

1 地巴唑、赋形剂零阶和一阶导数光谱图绘制:取地巴唑原料药和处方量的赋形剂, 用水分别配制成为适当浓度, 以水为空白对照, 测定零阶导数光谱和一阶导数光谱($\Delta\lambda = 4 \text{ nm}$)。由零阶导数光谱可知, 地巴唑在270与276 nm 波长处有最大吸收, 但赋形剂对测定有干扰, 而一阶导数, 地巴唑在250—280 nm 之间有一较强的峰—谷振幅, 赋形剂为一直线。

本实验采用“峰—谷”法。

2 标准曲线的制备:精密称取适量用水制备地巴唑标准溶液以水作空白, 在300~220 nm 波长区间测定一阶导数光谱振幅, 以浓度(C)对振幅(D)做最小二乘法回归, 得标准曲线的回归方程为

$$C = 36.48D + 0.2153 \quad r = 0.99995$$

由曲线知地巴唑在1~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度之间呈良好线性关系。

3 回收率实验

加样回收: 精密称取地巴唑原料药约20 mg 及处方量的赋形剂, 置100 ml 量瓶中, 加水适量, 40°C水浴微温加热振摇10 min, 使地巴唑充分溶解, 冷至室温, 用水稀释至刻度, 摆匀, 滤过, 弃初滤液, 精空量取续滤液5.0 ml 置另一100 ml 量瓶中, 用水稀释到刻度, 摆匀, 同上法测定, 得平均回收率为99.76% ($n = 7$), RSD = 0.66%。

4 样品测定

4.1 含量测定:取本品20片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量(约相当于地巴唑20 mg), 置100 ml 量瓶中, 加水适量, 按回收率实验操作, 以回归方程计算样品含量, 与部颁药品标准测得的结果比较, 两者相近。