

6. 吡啶拉新吸收系数 ($E_{1\%}^{1cm}$) 的测定

精密称取经 105℃ 干燥至恒重的吡啶拉新精制品适量，用乙醇分别配制成浓度为 5 μ g/ml、6 μ g/ml、7 μ g/ml 的溶液，以乙醇为空白，分别用 5 台不同型号及同型不同台的紫外分光光度计在 289 \pm 1nm 波长处测定吸收度，求出百分吸收系数 ($E_{1\%}^{1cm}$)。经统计学处理，确定吡啶拉新的 $E_{1\%}^{1cm}$ 为 746 (n=30 RSD=0.84%)。

7. 样品的含量测定

取本品胶囊 20 粒，精密称定内容物，混匀。精密称取适量，加乙醇溶解并定量稀释制成 6 μ g/ml 的溶液，照上述方法测定，并

表 3 吡啶拉新胶囊两种方法测定的比较 (3 次均值)

编号	批号	相当标示量 (%)		
		紫外法 (%)		中和法 (%)
		吸收系数法	标准曲线法	
1	900202	102.07	102.00	103.90
2	900402	102.19	102.11	102.87
3	901202	102.61	102.57	102.53
4	910302	101.24	101.21	102.45
5	910303	101.37	101.35	100.00

与中和法比较，结果见表 3。

两法测定结果比较，经 t 值检验无显著差异。(P>0.05)

8. 回收率实验

精密吸取上述样品溶液 (根据以上样品测定结果) 数份，置 100ml 量瓶中，分别加入一定量的标准溶液，用乙醇稀释至刻度，配制成几种不同浓度的溶液，以乙醇为空白，在 289 \pm 1nm 波长处测定其吸收度并计算回收率，测得 5 次平均回收率为 99.9%，RSD = 0.67%。

9. 小结

应用本法测定吡啶拉新的含量，目前国内有关文献尚未见报导。据以上实验表明，用紫外分光光度法测定吡啶拉新及其胶囊含量，具有简便、快速、灵敏、准确，重现性好，经济等优点，可应用于药厂产品的含量测定及医院制剂的快速定量测定。

参 考 文 献

[1] 福建省科学技术情报研究所，吡啶拉新紫外分光光度法测定检索报告，1991.12
 [2] 辽宁省药品标准(1987年版)1987.490
 [3] 中华人民共和国药典(1990年版二部).1990.附录25

原子吸收法测定尼古丁的研究

长春市卫生学校 (长春 130031) 李 玫 张凌瀛 惠 春 张 璐
 解放军 208 医院 张恒弼 李向文

烟草生物碱的定量测定已经引起人们的极大兴趣，这种兴趣不仅是由于尼古丁在药理上可作为神经中枢的兴奋剂和麻醉剂，而且还因为含有尼古丁生物碱烟草的广泛使

用^[1]以及对人的生活及生命的深刻影响。

烟叶里可以得到尼古丁碱，它在干燥烟草中的含量介于 1%~8% 之间。纯的尼古丁碱是一种无色、油状液体，燃烧时发出辛辣

难闻的气味,并有吡啶的味道,40mg即可致命。

人们已采用多种方法来测定尼古丁,如四氯化碘重量法,薄层层析,高效液相层析,气相层析法等。

现在我们提出一种对尼古丁碱定量的简单精确的新方法,其原理是生物碱可与 Cu^{2+} 定量沉淀,用原子吸收法测定上层清液和沉淀溶解后溶液里的金属含量,从而对尼古丁定量。这两种测定方式分别称之为间接法和直接法。本方法可用来测定纯样品和从各种类型烟草蒸馏出来的样品中尼古丁。

实验部分

仪器 WYZ-402 原子吸收分光光度计(沈阳分析仪器厂);离心机(北京医用离心机厂);PHS-73A 型酸度计(天津第二分析仪器厂);铜空心阴极灯。

仪器工作条件 分析线波长 3247 Å;灯电流 2 mA;光谱通带 2.0 Å;燃烧器高度 3mm;火焰状态贫燃;燃气流速 70l/h

试剂及标准溶液 尼古丁纯品, Art 820877(-)-Nicotine 纯度 > 98%; 尼古丁标准液 (1 mg/ml), 精确称取尼古丁纯品 1.0000g 于 1000ml 容量瓶中,用水溶之定容即得尼古丁标准液;铜储备液 (1mg/ml), 精确称取 0.3929g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体(A.R)用水溶解后转移到 100ml 容量瓶中定容即得;铜标准液 (0.2mg/ml), 精确称取 0.7858 克 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体(A.R)用水溶解后转移到 1000ml 容量瓶中定容即得。

实验用二次离子交换水为自制。

实验方法

取 1 mg/ml 尼古丁标准液 5 ml, 加入 0.2mg/ml Cu^{2+} 标准液 6ml, 使充分反应生成沉淀, 在室温下放置 10~15min 后, 离心分离, 小心取出上清液至 100ml 容量瓶中定容(得溶液 A); 将沉淀用 10% 稀盐酸 1ml 溶解后转移到 100ml 容量瓶中定容(得溶液 B), 分别测定此二溶液的吸光度。

结果与讨论

pH 值对吸光度的影响 分别调节溶液 A、B 的 pH 值, 在仪器测定的条件下测得吸光度。结果表明, 间接法中吸光度随溶液 pH 值增大而减小, 当 pH 在 6.12—6.28 范围内时, 吸光度值基本不变, 故此酸度为测定溶液的最佳酸度。直接法中吸光度随溶液 pH 值增大而增大, 当 pH 在 5.58—5.72 范围内时吸光度基本不变, 此酸度为测定溶液的最佳酸度。

pH 值对络合比的影响 由测定结果可知: 间接法中随溶液 pH 值增大络合比减小, 当 pH 在 6.12—6.28 之间时, 络合比基本不变, 说明此 pH 范围为测定最佳酸度范围。直接法中随 pH 值增大, 络合比减小, 当 pH 在 5.58—5.72 之间络合比基本不变, 此时酸度为测定的最佳酸度。

沉淀时间对络合比的影响 由实验可知, 沉淀在室温下放置 5~15min 为最佳。

络合物结构 由原子吸收法测尼古丁碱与 Cu^{2+} 生成络合物中等量的金属或上层清液中剩余的金属, 得到络合物平均配位数 $\bar{n} = 2.0260 \approx 2.0$ 此络合物结构为 ML_2 。

标准曲线 取铜储备液 (1mg/ml) 稀释成 1μg/ml, 2μg/ml, 3μg/ml, 4μg/ml, 5μg/ml 的标准溶液在测定条件下分别测其吸光度, 结果见表 1。

表 1 铜离子浓度—吸光度测定

Cu^{2+} 浓度 (μg/ml)	1	2	3	4	5
吸光度*	0.150	0.310	0.442	0.610	0.745

*吸光度为 3 次测定的均值

以浓度为横坐标, 吸收度为纵坐标绘制标准曲线, 得回归方程为: $A = 0.148 C + 0.0054$

相关系数: $r = 0.9998$

准确度分析 分别吸取 1mg/ml 尼古丁

表 2 尼古丁标准液测定结果

	取尼古丁量 (mg)	测得 Cu 量 (ug)	测得尼古丁量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	变异系数 (%)
间接法	1	195	0.994	99.4	99.7	0.20
	2	391	1.994	99.6		
	3	586	2.988	99.6		
	4	783	3.932	99.8		
	5	980	4.996	99.8		
直接法	1	195	0.994	99.4	99.5	0.13
	2	390	1.988	99.4		
	3	586	2.988	99.6		
	4	782	3.988	99.7		
	5	976	4.976	99.5		

标准液 1.00ml、2.00ml、3.00ml、4.00ml、5.00ml 各准确加入 0.2 mg/ml Cu²⁺ 标准液 6ml, 以下操作同实验部分的实验方法, 测得结果见表 2。

由上结果可知, 用直接法和间接法测定尼古丁的结果均能保证纯样品的测定, 结果基本稳定。

样品测定 分别取 3 种不同含量的样品, 依本法测定尼古丁含量, 结果如表 3。

由以上样品测定结果说明, 对于常量及微量的尼古丁的测定, 基于多次测定的平均值结果也是好的。

(参考文献略)

表 3 样品测定结果

方 法	测 得 含 量 (%)					平 均 值 (%)	标 准 偏 差 (%)	变 异 系 数 (%)
	1	2	3	4	5			
间接法								
样品 I	12.9	12.5	13.1	12.6	12.4	12.7	0.29	2.30
样品 II	45.5	45.9	45.7	45.6	45.3	45.6	0.22	0.50
样品 III	0.231	0.218	0.231	0.258	0.242	0.236	0.0149	6.33
直接法								
样品 I	12.8	12.3	12.3	12.6	12.4	12.4	0.27	2.20
样品 II	45.1	45.6	45.4	45.9	45.7	45.5	0.31	0.60
样品 III	0.224	0.224	0.218	0.224	0.221	0.222	0.00003	1.21

多阶半微分吸附溶出伏安法直接测定尿中核黄素

海军医学专科学校(南京 210049) 李吉学 李新岗 朱忠和 史志伦

核黄素 (Vit. B₂) 是构成脱氢酶的主要成分, 对红细胞的生成有重要作用, 是人体不可缺少的营养成分。有关核黄素的测定有荧光法和分光光度法^[1], 高效液相色谱法^[2], 极谱/伏安法^[3~6]。其中有些方法灵敏度不

高^[1~3](0.1~1.0 μg·mL⁻¹数量级), 有的富集时间长^[4](30~45 min)。虽有的文献^[5,6]采用差示脉冲极谱法和差示脉冲伏安法大大提高了灵敏度, 但所用仪器复杂价高。故在此基础上, 作者用国产微机化极谱仪和多阶半微分吸附