

# 火焰原子吸收光谱法测定脱氧胆酸钠中的钠含量

蒋玉辉\*, 薛巧如, 梁蔚阳(广东省食品药品检验所, 广州 510180)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)09-0830-02

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.09.22

**摘要** 目的:建立测定药用辅料脱氧胆酸钠中钠含量的方法。方法:采用火焰原子吸收光谱法。检测波长为589.0 nm,灯电流为7.5 mA,狭缝宽度为0.2 nm,燃气流量为1.1 L/min,燃烧器高度为7 mm。结果:钠检测质量浓度线性范围为0.16~1.2 mg/L( $r=0.9997$ ),平均回收率为101.4%(RSD=1.4%)。结论:本方法准确、快速、灵敏度高、重复性好、实用性强。

**关键词** 火焰原子吸收光谱法;脱氧胆酸钠;钠;含量测定

## Content Determination of Sodium in Sodium Deoxycholate by Flame Atomic Absorption Spectrometry

JIANG Yu-hui, XUE Qiao-ru, LIANG Wei-yang (Guangdong Institute for Food and Drug Control, Guangzhou 510180, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish a method for the content determination of sodium in sodium deoxycholate. METHODS: Flame atomic absorption spectrometry was adopted. The detective wavelength was set at 589.0 nm; the electric current of the light was 7.5 mA; the slit-width was 0.2 nm; the flow rate of burning gas was 1.1 L/min; and the height of the burner was 7 mm. RESULTS: The linear range of sodium was 0.16-1.2 mg/L ( $r=0.9997$ ) with an average recovery of 101.4% (RSD=1.4%). CONCLUSIONS: The method is accurate, rapid, sensitive, reproducible and practical.

**KEY WORDS** Flame atomic absorption spectrometry; Sodium deoxycholate; Sodium; Content determination

脱氧胆酸钠作为药用辅料可促进药物的转运吸收<sup>[1]</sup>,与磷脂组成混合胶束,形成一种生物相容性载体,可显著提高难溶

性药物的溶解度,增加药物的生物利用度,减少药品的不良反应<sup>[2]</sup>。目前,国内外药典均未收载脱氧胆酸钠药用辅料质量标

作为待测样本。

### 3.2 青霉素玻璃瓶对样本光谱的影响

为了考察样品瓶的不均匀性对样本光谱的影响,对于同一样本先后采用不同的样品瓶按“2.1”项下方法混合并测定其光谱。结果发现不同样品瓶中的同一样本光谱能够达到完全重叠,光谱相关系数为1.000 0。由此可见,青霉素玻璃瓶之间的差异性对研究体系准确度不构成影响,可以将样本粉末直接装入此类瓶中测定。

### 3.3 近红外光谱快速分析与药典HPLC方法的比较

对于本文建立的复方盐酸阿米洛利片近红外光谱快速分析方法,从上述的方法学考察能够充分地说明该方法可准确测定两组分的含量。本方法的回收率(96.70%~106.06%)能够满足药品含量测定指导性原则对“回收率的一般要求”,即90%~110%。当然上述要求是对国家药品标准的一般要求。而近红外光谱药物分析方法在现阶段是不适宜作为“国家药品标准”方法,而适宜于生产过程和药房贮藏过程中对药品质量的常规检控,其显著特点是快速性和非破坏性。

为了进一步说明本文所建立方法的可靠性,按《中国药典》标准的HPLC法对3个批次样本进行了含量测定,结果两者之间存在1.24%~2.91%的偏差。虽然这种偏差的数值不大,但是其所表现的是“HPLC法的结果较近红外光谱偏小1.24%~2.91%”,这可能是由于2种方法的固有性质所决定的。HPLC法是在组分分离基础之上的分析方法,表现出高度

的专属性;而近红外光谱分析是在所有干扰组分共存条件下,利用多元校正分析建立多波长定量模型的分析方法,是由多波长下的多变量检测信号的组合而实现方法的专属性。上述偏小的结果预示着后者的专属性略微弱于前者,也正是由此决定了近红外光谱分析主要适用于药物的非破坏性快速分析,而不适宜作为国家药品标准分析。

基于PLS法,笔者利用近红外漫反射光谱分析技术建立了复方盐酸阿米洛利片中盐酸阿米洛利和氢氯噻嗪这2种有效成分含量的快速、简单、不经任何样本预处理过程的测定方法,实现了该复方片剂含量的直接测定。结果表明,该方法准确可靠,模型具有较强的预测能力、良好的稳定性和适应性,可用于该制剂质量的快速评价。

## 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:二部[S]. 2010年版. 北京:中国医药科技出版社, 2010:586-587.
- [2] 费培根, 杨水新. 高效液相色谱法测定复方盐酸阿米洛利片的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2004, 24(1):33.
- [3] 王锋, 王伟佳. 高效液相色谱法测定复方盐酸阿米洛利血药浓度[J]. 今日药学, 2011, 21(2):81.
- [4] 吴军, 李新霞, 陈坚. 光纤药物在位溶出度/释放度监测仪实时监测复方盐酸阿米洛利片体外溶出度[J]. 药物分析杂志, 2007, 27(2):238.
- [5] 梁逸曾, 俞汝勤. 化学计量学[M]. 北京:高等教育出版社, 2003:125-127.

(收稿日期:2012-05-07 修回日期:2012-06-28)

\* 副主任药师。研究方向:药物分析。电话:020-81887684。E-mail:cindej@163.com

准,为提高其质量标准,笔者首次采用火焰原子吸收光谱法测定其中钠(Na)的含量。结果表明,该方法准确、快速、灵敏度高、重复性好、实用性强。

## 1 材料

### 1.1 仪器

Thermo M6型原子吸收分光光度计、SOLAR AA数据工作站(美国Thermo公司);CP224S电子天平(德国Sartorius公司);ELF11/6型电阻炉(英国Carbolite公司);ETHOS1型微波消解系统(意大利Milestone公司);试验所用的容器均经过HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O(1:9)浸泡12 h以上,纯水清洗,晾干,备用。

### 1.2 药品与试剂

脱氧胆酸钠(上海新兴化工试剂研究所,批号:110028、110030、110032);钠标准溶液[国家标准物质研究中心,批号:GBW(E)080127-4042,质量浓度:1 000 mg/L];试验用水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 仪器工作条件

检测波长:589.0 nm;灯电流:7.5 mA;狭缝宽度:0.2 nm;燃气流量:1.1 L/min;燃烧器高度:7 mm。

### 2.2 供试品溶液的制备

取样品0.15 g,精密称定,置于铂坩埚中,缓缓加热至炭化完全,放冷,精密加入硫酸0.5 ml使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,在600 ℃灼烧至成白色灰状物,放冷;精密加入盐酸1 ml溶解并定量转移至100 ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;再精密量取1 ml至100 ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得。

### 2.3 空白样品溶液的制备及测定

不加样品,按“2.2”项下方法制成空白样品溶液,经测定吸光度为0.000 6,表明供试品溶液的制备过程不影响钠的含量测定。

### 2.4 线性关系考察

取1 000 mg/L的钠标准溶液,加水稀释,制备成含钠分别为0.16、0.4、0.8、1.0、1.2 mg/L的系列标准溶液,测定吸光度分别为0.063 7、0.236 4、0.490 4、0.646 7、0.742 8。以吸光度( $y$ )对浓度( $c$ )进行线性回归,得线性回归方程为 $y=0.650 7c-0.032 5$ ( $r=0.999 7$ )。结果表明,钠检测质量浓度线性范围为0.16~1.2 mg/L。

### 2.5 精密度试验

精密量取“2.4”项下的标准溶液(0.8 mg/L)适量,分别重复测定6次,测得吸光度平均值为0.490 2,RSD=0.3%,表明精密度良好。

### 2.6 重复性试验

取同一批样品(批号:110028),按“2.2”项下方法平行制备6份供试品溶液并测定,结果,钠的平均含量为5.6%,RSD=0.9%,表明方法重复性良好。

### 2.7 加样回收率试验

取已知钠含量的同一批样品(批号:110028)适量,精密称定,分别精密加入低、中、高3种水平的钠标准溶液,各3份,测定其含量,计算平均回收率。结果,平均回收率为101.4%,RSD=1.4%,详见表1。

### 2.8 样品中钠含量测定

取3批样品,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,照“2.1”项下条件测定并计算3批样品含量,结果见表2。

表1 加样回收率试验结果( $n=9$ )

Tab 1 Results of recovery tests( $n=9$ )

加入量,mg	测得量,mg	回收率,%	平均回收率,%	RSD,%
0.400 0	0.411 4	102.85		
0.400 0	0.408 7	102.17		
0.400 0	0.393 9	98.47		
0.500 0	0.510 6	102.12		
0.500 0	0.502 8	100.56	101.4	1.4
0.500 0	0.506 3	101.26		
0.600 0	0.615 4	102.56		
0.600 0	0.604 0	100.66		
0.600 0	0.614 2	102.36		

表2 样品中钠含量测定结果

Tab 2 Content determination of sodium in the samples

批号	钠含量,%
110028	5.6
110030	5.7
110032	5.6

### 2.9 不同供试品溶液制备方法对试验结果的影响

2.9.1 样品直接用水溶解。取同一批样品(批号:110028),加水溶解,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,测得钠含量为4.7%。

2.9.2 微波消解处理样品。精密称取样品(批号:110028)0.15 g,置于聚四氟乙烯消解罐中,加硝酸5 ml、过氧化氢3 ml,混匀,盖好内盖,置于微波消解系统中。消解程序:8 min升温至140 ℃,功率为1 000 W;10 min升温至180 ℃,功率为800 W;在180 ℃保持10 min,功率为800 W。取出消解罐冷却后开盖,用水转移至量瓶中,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,测得钠含量为5.7%。

从2种方法钠含量结果比较可见,不宜采用直接用水溶解法处理样品,而采用微波消解法处理样品与本文建立的干法灰化结果相当。

## 3 讨论

脱氧胆酸钠结构式中含有多个苯环,虽然易溶于水,但不能将结合的钠完全溶解出来。因此样品直接溶于水后,测得的钠含量(4.7%)仅为理论值(5.5%)的85%,所以样品在测定钠含量前必须先去除有机物。

通常去除样品中有机物的方法主要有干法灰化、湿法消解和微波消解<sup>[3]</sup>。本文中干法灰化和微波消解均能完全破坏样品中的有机物。微波消解虽然测定周期短,但是仪器昂贵,不具有普及性。本文采用干法灰化处理样品,实用性更强。

药用辅料脱氧胆酸钠中钠含量可间接反映样品的纯度,本试验测得3批样品中钠含量差异不大。本方法的线性、回收率、重复性较好,实用性强,可用于药用辅料脱氧胆酸钠中钠含量的测定。

## 参考文献

- [1] 贝永燕,管敏,周奕,等.去甲基斑蝥素N-乳糖酰壳聚糖纳米粒的吸收机制及小鼠抑瘤作用研究[J].中国药房,2012,23(1):26.
- [2] 何典鸿,韩立炜,王媛,等.以胆盐/磷脂混合胶束制备技术提高葛根素溶解度的研究[J].中国中药杂志,2010,35(11):1 395.
- [3] 卫生部,国家标准化管理委员会.GB/T5009-2003 食品卫生检验方法:理化部分[S].北京:中国标准出版社,2003.  
(收稿日期:2012-04-05 修回日期:2012-05-09)