

来稿摘登

应用二阶导数紫外分光 光度法测定钆喷酸

游文玮*

(第一军医大学化学教研室, 广州 510515)

吴昭晖

(第一军医大学康臣制药厂, 广州 510515)

王尊本

(厦门大学化学系, 厦门 361005)

1 引言

钆喷酸葡胺注射液是目前临床上磁共振成像诊断中常用的造影剂, 是国家二类新药。它的化学名为: 钆喷酸二葡甲胺盐。我国于九十年代初开始研制并投入生产。钆喷酸葡胺注射液的主要成分是钆喷酸和葡甲胺, 此外还含有一定限量的游离喷替酸(三乙三胺五醋酸), 其中起图像信号增强作用的成分是钆喷酸。钆喷酸含量的测定卫生部标准和国外标准均采用 HPLC 法, 采用导数分光光度法尚未见报道。采用 HPLC 法, 仪器昂贵, 操作费时, 测量条件苛刻, 测定波长在 195 nm 的远紫外区, 误差大。本文应用二阶导数紫外分光光度法对钆喷酸含量进行测定, 提供了钆喷酸含量测定的一种新方法。该方法简便快速, 结果准确可靠。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂 日本岛津 UV-2201 紫外可见分光光度计; 钆喷酸葡胺注射液(广州康臣制药厂); 钆喷酸标准溶液; 葡甲胺(药用)(上海淮海制药厂); 喷替酸(AR)(上海放射医学研究所)。

2.2 实验方法 移取适量钆喷酸葡胺注射液、钆喷酸标准系列溶液分别于 25 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。用 1 cm 的石英吸收池, 以水为参比, 在 273.9 nm 处测定样品溶液和钆喷酸标准系列溶液的二阶导数光谱, 通过标准工作曲线, 求算样品钆喷酸的含量。

3 结果与讨论

3.1 导数光谱测定条件 取一定量已知含量的钆喷酸葡胺注射液, 加水稀释成钆喷酸含量为 274.0 g/L 的溶液。同时按处方比例分别定量配制注射液中除钆喷酸外的其它组分(葡甲胺和喷替酸)溶液, 并按相同倍数稀释, 在波长 250~300 nm 范围内测量上述各溶液的吸收光谱、一阶导数光谱和二阶导数光谱。结果表明, 在 273.9 nm 处, 钆喷酸喷酸有一较强的二阶导数峰(负峰), 而葡甲胺和喷替酸没有吸收。导数分光光度法有效地排除了葡甲胺、喷替酸等对钆喷酸测定的干扰, 无需分离可直接对样品中的钆喷酸进行定量测定。因此我们选定 273.9 nm 作为测定波长, 以该波长处的二阶导数峰高值来测定钆喷酸的含量。

3.2 标准曲线 取 8 个 25 mL 容量瓶, 按序加入浓度为 274.0 g/L 的钆喷酸标准溶液 0.10, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。在 273.9 nm 处分别测量二阶导数值, 以导数值对浓度作图并得回归方程 $Y=0.0152C+0.0054$, $r=0.9999$ 。C 为钆喷酸的浓度(单位 g/L)。

3.3 回收率试验 采用标准加入法, 按上述实验方法进行测定, 以回归方程计算含量。平均回收率为 100.81%, RSD 为 0.30% ($n=5$)。

3.4 检测限 按上述实验方法, 测定 10 份空白溶液的吸光度值, 求出其标准偏差 S_0 , 再按检测限的计算公式 $D.L = 3 \times S_0 / S$ (S 为标准曲线的斜率) 求得检测限 $DL=0.1000$ g/L。

3.5 样品测定 取 5 个批号钆喷酸葡胺注射液按本实验方法分别进行测定, 含量在 98.1%~101.8% 之间, 测定结果与部颁标准的 HPLC 法相吻合。与 HPLC 法比较, 本方法检测波长在近紫外区, 环境对测量结果影响小, 设备简单, 操作方便, 适用性强。但与 HPLC 法比较, 灵敏度较低, 样品用量较大。

1996-03-19 收稿; 1996-07-23 接受。