

紫外二阶导数光谱测定阿司匹林含量

UV-028

摘要：阿司匹林容易发生水解，形成阿司匹林和水杨酸双组份体系，导致无法准确定量有效成分。本文使用紫外可见分光光度计扫描样品，并采用二阶导数光谱法测定该体系中阿司匹林的含量。该方法简单、易于操作，可以满足阿司匹林含量检测要求。

关键词：阿司匹林 双组份体系 紫外光谱 二阶导数

阿司匹林容易发生水解生成水杨酸，形成阿司匹林和水杨酸双组份体系，且水解产物水杨酸干扰阿司匹林的定量，无法准确定量阿司匹林有效成分含量。目前阿司匹林的含量测定方法主要有紫外光谱法、高效液相色谱法和荧光法等。

本实验使用紫外分光光度计，将朗伯-比尔定律 $A(\lambda) = \epsilon(\lambda)cL$ 对 λ 二次微分求导得到 $\frac{d^2A}{d\lambda^2} = \frac{d^2\epsilon}{d\lambda^2}cL$ 由此可知二阶导数与浓度呈线性关系。

导数光谱可以有效缩小半峰宽，消除肩峰干扰，从而有利于混合组份体系样品准确定量。该方法简单、易于操作，可以有效消除干扰成分，满足阿司匹林含量检测要求。

吸取 2.00 mL 滤液于 10 mL 容量瓶中，用无水乙醇定容后混匀，得到样品溶液，待测。

2.2.3 吸收光谱图、二阶导数光谱图的测定及阿司匹林检测波长的选择。

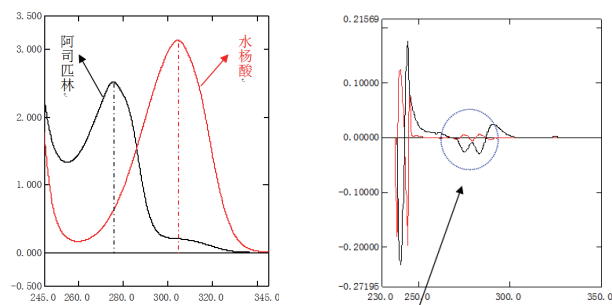


图1 原始吸收光谱

图2 二阶导数光谱

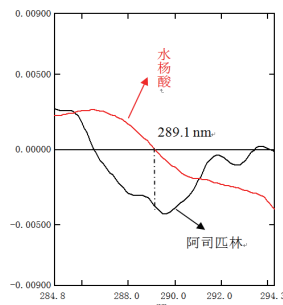


图3 二阶导数光谱局部放大图

实验器皿及测试条件

1.1 实验仪器

岛津 UV-2450

1.2 分析条件

扫描范围：230 ~ 350 nm

狭缝：2 nm

采样间隔：0.1 nm

实验部分

2.1 试剂

阿司匹林肠溶片(质量 70 mg/片, 标示含量 40 mg/片)

阿司匹林标准溶液(0.4 mg/mL)

水杨酸(0.1 mg/mL)

2.2 阿司匹林含量测定

2.2.1 阿司匹林系列标准溶液的配制

分别吸取阿司匹林标准溶液(0.4 mg/mL) 0.00、1.00、2.00、4.00 和 6.00 mL 于 5 个 10 mL 容量瓶中，使用无水乙醇定容，混匀得到阿司匹林标准溶液。

2.2.2 样品(阿司匹林片)溶液的配制

取阿司匹林片 1 片，研细；精确称取 40 mg 于小烧杯中，用少量无水乙醇将其溶解，定量转入 25 mL 容量瓶中，用无水乙醇定容。

由阿司匹林和水杨酸标准品紫外吸收光谱可以看出，在阿司匹林最大吸收位置叠加了水杨酸吸收，因此不能直接选取此波长为定量波长。为了消除水解产物水杨酸的干扰，对光谱进行二阶导数处理，同时为了减小噪音，导数处理时选择 4.0 的微分波数差，得到图 2 所示二阶导数光谱图。

如图 3 所示，289.1 nm 处水杨酸二阶导数光谱读数为 0，而阿司匹林正处于吸收峰位置，因此 289.1 nm 做为阿司匹林定量波长，完全避开水杨酸叠加干扰。

2.2.4 阿司匹林二阶导数的标准曲线的绘制

分别将阿司匹林系列标准溶液在 230-350 nm 进行扫描，得到不同浓度阿司匹林溶液的吸收光谱图；然后处理得到各溶液吸收光谱的二阶导数光谱图，记录检测波长所对应的二阶导数，手动输入模式输入到定量模块

标准表, 以阿司匹林浓度 c 为横坐标, 二阶导数 ($\frac{d^2A}{d\lambda^2}$) 为纵坐标得到标准曲线。

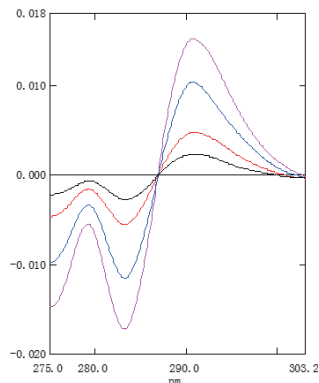


图4 标准序列二阶光谱叠加

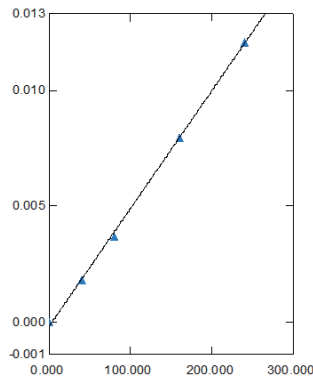


图5 二阶导数标准曲线

标准曲线: $\frac{d^2A}{d\lambda^2} = 0.00005 C - 0.00018$; 相关系数 $r^2 = 0.9991$

实验结果

表1 阿司匹林含量

样品号	药片质量 (mg)	称样量 (mg)	定容体积 (mL)	稀释倍数	$\frac{d^2A}{d\lambda^2}$	溶液浓度 (mg/mL)	实际含量 (mg/片)
1	70	40.6	25	5	0.00812	0.166	36

实验结果表明, 阿司匹林肠溶片中阿司匹林含量为 36 mg/片, 略低于产品标示的 40 mg/片。

结论

阿司匹林的含量测定方法主要有紫外光谱法、高效液相色谱法和荧光法等, 其中紫外光谱法设备简单, 本实验通过二阶导数处理后消除了双组份体系样品吸收的相互干扰, 能够快速、简便的实现阿司匹林的定量分析。