

Ce(IV)-Na₂S₂O₄-呋塞米化学发光体系的研究*

何树华¹, 李超英², 田开江³, 江虹¹

(1. 涪陵师范学院 化学与环境科学系; 2. 涪陵师范学院 卫生科; 3. 涪陵师范学院 后勤集团, 重庆 涪陵 408003)

摘要:为提高测定药品中呋塞米含量的灵敏度和降低分析成本,提出了一种测定呋塞米的流动注射化学发光新方法。方法基于Ce(IV)氧化连二亚硫酸钠产生较弱的化学发光,在一定浓度范围内,呋塞米可以大大增强此发光的原理。该法的检出限为5.7 μg/L(3σ),线性范围为0.01~1.0 mg/L,对0.5 mg/L的呋塞米连续平行测定11次,其相对标准偏差为3.0%。该法已成功测定了针剂中呋塞米含量,结果令人满意。

关键词:化学发光;流动注射;连二亚硫酸钠;呋塞米

中图分类号:O657.3

文献标识码:A

文章编号:1672-6693(2006)02-0057-03

Study on Chemiluminescence System of Ce(IV)-Na₂S₂O₄-Furosemide

HE Shu-hua¹, LI Chao-ying², TIAN Kai-jiang³, JIANG Hong¹

(1. Dept. of Chemistry, Fuling Teachers College; 2. Health Section, Fuling Teachers College;

3. Rear Service, Fuling Teachers College, Fuling Chongqing 408003, China)

Abstract: A novel flow injection chemiluminescence (FI-CL) system for determination of furosemide is presented. It is based on the chemiluminescence reaction of sodium hydrosulfite with Ce(IV) in the nitric acid solution. The emission intensity can be enhanced greatly by furosemide. The proposed method is very sensitive, cheap, simple and quick. The chemiluminescence intensity is proportional to furosemide concentration in the range 0.01 - 1.0 mg/L. The detection limit is 5.7 μg/L and the relative standard deviation is 3.0% for 0.5 mg/L of furosemide (n = 11). This method had been successfully applied to determination of furosemide in injections.

Key words: chemiluminescence; flow injection analysis; sodium hydrosulfite; furosemide

呋塞米别名速尿,为强效利尿药,广泛用于治疗心脏、肾脏、肝脏疾病所致水肿及脑水肿等多种疾病。目前测定呋塞米的方法主要有滴定法^[1],光度法^[2],高效液相色谱法^[3]等。滴定法和光度法灵敏度较低,高效液相色谱法灵敏度高^[4],但操作繁琐。与上述方法相比,化学发光法灵敏度高,分析速度快且操作简单^[5]。利用流动注射化学发光分析法测定呋塞米,文献中也有报道^[6-8],但所用试剂较贵,本文利用Ce(IV)-连二亚硫酸钠化学发光体系测定呋塞米不但灵敏度高,而且可以较大地降低分析成本。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

——IFFM-A 化学数据采集分析系统(西安瑞迈电子

科技有限公司),HL-2 恒流泵(上海青浦沪西仪器厂)。

呋塞米标准溶液 0.1 g/L:准确称取呋塞米标准器(中国药品生物制品检定所提供)10.0 mg,用二次水溶解定容至 100 mL 棕色容量瓶中,摇匀,储于 4℃ 冰箱备用。使用时用二次水稀释到所需浓度。

硝酸高铈(重庆化学试剂厂)溶液 0.01 mol/L;连二亚硫酸钠(重庆无机化学试剂厂)溶液 0.01 mol/L。硫酸,盐酸,硝酸,磷酸均购于重庆化学试剂厂。所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

分别将载流(水)、Ce(IV)及 Na₂S₂O₄ 溶液通过

* 收稿日期 2005-09-19 修回日期 2005-12-30

资助项目:重庆市教委科学研究项目(KJ051305)

作者简介:何树华(1971-),女,四川南江人,副教授,研究方向为化学发光分析。

相应的管道输入分析系统,待基线稳定后,注入样品溶液,记录反应的发光信号(实验装置见图1)。以相对峰高定量。

0.5 mmol/L的连二亚硫酸钠溶液较好(图4)。

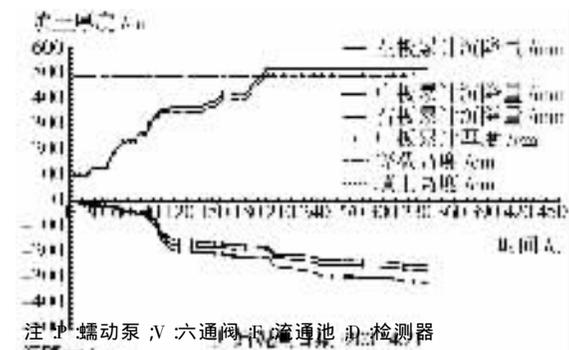


图1 流动注射化学发光测定呋塞米流路图

2 结果与讨论

2.1 条件选择

2.1.1 介质的影响及浓度 考察了 Ce(IV) 中 1.0 mol/L 硫酸、硝酸、盐酸和高氯酸对发光强度的影响,发现在硝酸介质中有最大的发光信号。进一步试验了 0.1 ~ 2.0 mol/L 范围内不同浓度的 HNO₃ 对发光强度的影响,实验结果显示,当 HNO₃ 浓度小于 0.8 mol/L 时,发光强度随硝酸浓度增加而增大,当硝酸浓度超过 0.8 mol/L 时,发光强度反而降低(图2)。因此在以后的实验中选择 HNO₃ 的浓度为 0.8 mol/L。

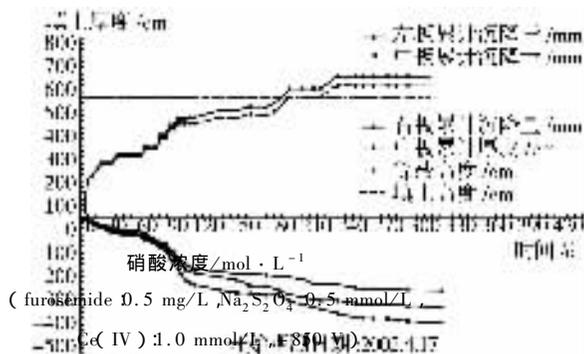


图2 硝酸浓度对化学发光强度的影响

2.1.2 Ce(IV)浓度的影响 考察了 0 ~ 0.5 mmol/L 范围内不同浓度的 Ce(IV)对发光强度的影响,发现当 Ce(IV)浓度为 0.2 mmol/L 时,具有最高的化学发光强度(图3)。因此在以后的实验中选用 Ce(IV)浓度为 0.2 mmol/L。

2.1.3 Na₂S₂O₄ 浓度的影响 连二亚硫酸钠的浓度对发光强度影响极大。考察了浓度从 0 ~ 1.0 mmol/L 的连二亚硫酸钠溶液,发现选用浓度为

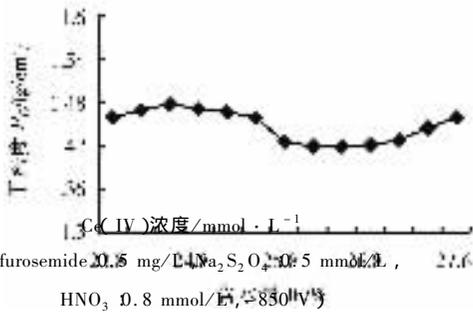


图3 硝酸高铈浓度对化学发光强度的影响

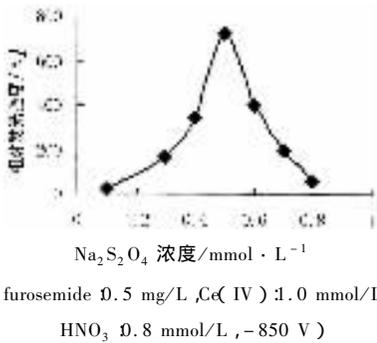


图4 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 浓度对化学发光强度的影响

2.2 线性范围、检出限及精密度

在上述选定的最佳条件下,对呋塞米进行测定,其线性范围为 0.01 ~ 1.0 mg/L,线性方程是 $\Delta I = 951.41C + 22.503$ (C :mg/L, $r = 0.9997$),检出限为 5.7 $\mu\text{g/L}$ (3σ),对 0.5 mg/L 的呋塞米连续平行测定 11 次,其相对标准偏差为 3.0%。

2.3 干扰实验

对 0.1 mg/L 的呋塞米进行了干扰实验,如控制测定误差在 5% 以内,结果发现 1 000 倍的 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 K^+ 、 Zn^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 NH_4^+ 、100 倍的 Ca^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 CO_3^{2-} ,1 倍的 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 对测定不干扰。

2.4 样品分析

取呋塞米针剂(标示量:20 mg/支),加二次水稀释至线性范围内浓度。在上述最佳分析条件下,按图 1 所示流路测定其含量,并做回收率实验,测定结果见表 1。

表 1 呋塞米针剂含量的测定($n = 8$)

样品	测定含量 /mg	加入量 /mg	测定总含量 /mg	回收率 /%
No. 1	19.68	10.00	29.92	102.4
No. 2	20.32	20.00	40.25	99.6
No. 3	20.05	30.00	49.98	99.8

3 结论

综上所述,用本方法对呋塞米的测定分析,具有较高准确度、精密度和较好的重现性,干扰少,且操作方便,仪器简单,所用试剂价格低廉,分析成本低。经实验证实,该方法同样适用于片剂中呋塞米含量的测定。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京:化学工业出版社,2000.284.
- [2] AGATONOVIC-KUSTRIN S,ZIVANOVIC L,RADUIOVIC D,et al. Spectrophotometric Determination of Furosemide and Its Palladium(II) Complex[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis,1990,8:983-986.
- [3] EL-SAHARTY Y S. Simultaneous High-performance Liquid Chromatographic Assay of Furosemide and Propranolol HCL and Its Application in a Pharmacokinetic Study[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis,2003,33(24):699-709.
- [4] 苟颈,刘永红,徐红,等. 乙酰甲胺磷的高效液相色谱分析[J]. 信阳师范学院学报(自然科学版),2005,18(1):86-88.
- [5] 何树华,张淑琼. 鲁米诺-铁氰化钾化学发光体系测定间苯二酚[J]. 重庆师范大学学报(自然科学版),2005,22(2):54-56.
- [6] RAO Yi,ZHANG Xin-rong,LUO Guo-an, W Baeyens, Chemiluminescence Flow-injection Determination of Furosemide Based on Arhodamine 6G Sensitized Ce(IV) Method[J]. Anal. Chim. Acta,1999,396:273-277.
- [7] XI Ju-an,JI Xing-hu,ZHANG Shao-hong,et al. Investigation of RuBPS- Ce(IV) Chemiluminescence Reaction and Its Application in Determination of Two Diuretics[J]. Anal. Chim. Acta,2005,541:193-198.
- [8] 饶毅,张新荣,罗国安. 流动注射化学发光法测定速尿[J]. 福州大学学报,1999,27(增刊):29-30.

(责任编辑 许文昌)