荷移反应光度分析法测定异烟肼

张亚秋 周旭光* 冯建章 童沈阳
(锦州医学院化学教研室,121001 锦州) (北京大学化学系,北京)

关键词 异烟肼,分光光度法,荷移配合物

我国药典用滴定法测定异烟肼的含量[1]. 文献上亦有用氯胺-T 法[2],2,4-二硝基氯苯比色法[3],普鲁士蓝比色法[4]等测定异烟肼. 基于有机含氮化合物作为电子给予体可以与 π-电子接受体产生荷移反应. 本文通过对苯醌在醇-水介质中与异烟肼的电荷转移配合物,提出了异烟肼的光度测定法.

试剂为 0.1mg/mL 异烟肼标准水溶液,0.15mol/L 对苯醌乙醇溶液(当日配制,避光保存). 在比色管中依次加入异烟肼含量小于 22μg/mL 的标准水溶液,1.50mL 对苯醌溶液,用去离子水稀释至 5.00mL. 摇匀后于 49℃加热 35 分钟,冷后以试剂空白为参比,在 751G-G 分光光度计上用 1cm 比色皿测定 355nm 处的吸光度.

结果与讨论

溶剂的影响 荷移配合作用受溶剂的影响很大. 表 1 为在上述同一实验条件下对苯醌和异烟肼在不同溶剂中的荷移反应配合情况.

表 1 对苯醌和异烟肼在不同溶剂中的荷移配合作用

溶剂体系	二甲亚砜	乙腈	丙酮	*N*,*N*-二甲基甲酰胺
λ_{max},nm	415	690	310	380,670
A	0.120	0.063	0.041	0.249,0.054
溶剂体系	甲醇	甲醇-水(3∶7)	乙醇	乙醇-水(3∶7)
λ_{max},nm	360	355	365	355
A	0.352	0.817	0.263	0.906

其中荷移反应配合物在乙醇-水(3∶7)中的吸光度最大. 增加醇水比吸光度值逐渐降低.

荷移配合物的稳定性 用等摩尔连续变化法和摩尔比法测得对苯醌与异烟肼在荷移配合物中的组成比为 1∶1. 荷移配合物的吸光度值在 90 分钟内恒定.

比尔定律的线性范围 按实验确定的最佳条件配制试液,绘制工作曲线,所得实验数据经统计处理后其线性回归方程 $A=0.0408C+0.0347$、相关系数 $\gamma=0.9996$,线性范围 1.2～21.8μg/mL,摩尔吸光系数 5.65×10^3.

片剂中异烟肼含量的测定 准确称取异烟肼片剂 10 片($W=1.2603$g),研细,称出 0.1160g 粉末,配成 50.00mL 溶液,过滤,取 5.00mL 滤液稀释至 50.00mL. 取上述溶液 0.20、0.30mL 于 5mL 刻度比色管中,按实验方法进行测定,同时做一回收实验. 3 次测定结果的平均值列于表 2.

1993-02-12 收稿;1993-05-04 修回.

表 2　异烟肼测定结果比较

本方法			药典法[1]
测定值,g	相当于标示量,%	标准回收,%	测定值,%
0.0975	97.5	98.5	0.0967

参 考 文 献

1 《中华人民共和国药典》,二部,1990:200

2 Pinzanti S,*et al*. *J Pharm Sci*,1974,**63**:1446

3 Scott P G W. *J Pharm Pharmcol*,1952,**4**:681

4 Jacobs M B. *J Am Pharm Assoc Sci Ed*,1953,**42**:346

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF ISONIAZIDE THROUGH CHARGE TRANSFER REACTION

Zhang Yaqiu and Zhou Xuguang*

(*Department of Chemistry*, *Jinzhou Medical College*, 121001 *Jinzhou*)

Feng Jianzhang and Tong Shenyang

(*Department of Chemistry*, *Peking University*, *Beijing*)

Abstract A spectrophotometric method has been described for determination of isoniazide based on its charge transfer reaction with *p*-benzoquinone in ethanol.

Keywords isoniazide, spectrophotometry, charge transfer complex, benzoquinone