

药物分析之西药分析紫外分光光度法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18040.htm

1.仪器的校正和检定 由于温度变化对机械部分的影响，仪器的波长经常会略有变动，因此除应定期对所用的仪器进行全面校正检定外，还应于测定前校正测定波长。常用汞灯中的较强谱线237.83、253.65、275.28、296.73、313.16、334.15、365.02、404.66、435.83、546.07与576.96nm，或用仪器中氙灯的486.02与656.10nm谱线进行校正，钛玻璃在279.4、287.5、333.7、360.9、418.5、460.0、484.5、536.2与637.5nm波长处有尖锐吸收峰，也可作波长校正用，但因来源不同会有微小的差别，使用时应注意。吸收度的准确度可用重铬酸钾的硫酸溶液检定。取在120℃干燥至恒重的基准重铬酸钾约60mg，精密称定，用0.005mol/L硫酸溶液溶解并稀释至1000ml，按下表规定的波长处测定并计算其吸收系数。规定的吸收系数如下表，相对偏差可在±1%以内。

		波长 (nm)		235(最小)	
257(最大)	313(最小)	350(最大)			
					吸收系
数E1% 1cm	124.5	144.0	48.62	106.6	

杂散光的检查可按下表的试剂和浓度，配制成水溶液，置1cm石英吸收池中，在下表规定的波长处测定透光率，应符合表中的规定。

试剂	浓度% (g/ml)	测
----	------------	---

定用波长(nm) 透光率 (%)

碘化钠 1.00

220 2.对溶剂的要求 测定供试品前，应先检查所用的溶剂在供试品所用的波长附近是否符合要求；即用1cm石英吸收池盛溶剂，以空气为空白（即空白光路中不置任何物质）测定其吸收度，溶剂和吸收池的吸收度，在220~240nm范围内不得超过0.40；在241~250nm范围内不得超过0.20；在251~300nm范围内不得超过0.10，在300nm以上时不得超过0.05。3.测定法测定时，除另有规定外，应以配制供试品溶液的同批溶剂为空白对照，采用1cm的石英吸收池，在规定的吸收峰波长 ± 2 nm以内测试几个点的吸收度，以核对供试品的吸收峰波长位置是否正确，除另有规定外，吸收峰波长应在该品种项下规定的波长 ± 2 nm以内；否则应考虑该试样的真伪、纯度以及仪器波长的准确度，并以吸收度最大的波长作为测定波长。一般供试品溶液的吸收度读数，以在0.3~0.7之间的误差较小。仪器的狭缝波带宽度应小于供试品吸收带的半宽度，否则测得的吸收度会偏低；狭缝宽度的选择，应以减小狭缝宽度时供试品的吸收度不再增加为准，由于吸收池和溶剂本身可能有空白吸收，因此测定供试品的吸收度后应减去空白读数，再计算含量。用作鉴别和检查项目的方法，分别按各品种项下的方法进行。鉴别项下吸收度读数的范围可根据配制供试液时的准确度及制剂的实际含量确定。用于含量测定的方法一般有以下几种。(1)对照品比较法 按各品种项下的方法，分别配制供试品溶液和对照品溶液，对照品溶液中所含被测成分的量应为供试品溶液中被测成分标示量的 $100 \pm 10\%$ ，所用溶剂也应完全一致，在规定的波长测定供试品溶液和对

照品溶液的吸收度后，按下式计算供试品中被测溶液的浓度： $C = (A / A)C$ 式中 C 为供试品溶液的浓度；A 为供试品溶液的吸收度；C 为对照品溶液的浓度；A 为对照品溶液的吸收度。

(2) 吸收系数法 按各品种项下的方法配制供试品溶液，在规定的波长处测定其吸收度，再以该品种在规定条件下的吸收系数计算含量。用本法测定时，应注意仪器的校正和检定。

(3) 计算分光光度法 采用计算分光光度法应慎重。本法有多种，使用时均应按各品种项下规定的方法进行。当吸收度处在吸收曲线的陡然上升或下降的部位测定时，影响精度的因素较多，故对照品和供试品测试条件应尽可能一致。若测定时不用对照品，如维生素A测定法，则应在测定时对仪器作仔细的校正和检定。

100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com