

# ICP - AES 间接测定硫酸阿托品\*

王 伟

(盐城工学院 化学工程系, 江苏 盐城 224003)

**摘 要:**研究了采用等离子发射光谱法间接测定硫酸阿托品的方法。在 pH 为 5.0 的溶液中, 当四苯硼钠过量时可完全沉淀硫酸阿托品, 在滤液中加入过量的氯化钾沉淀剩余的四苯硼钠, 再测定过量的钾可以计算得到硫酸阿托品的含量。方法简单快速, 回收率在 96% ~ 102% 之间, 相对标准偏差为 1.2%。

**关键词:**电感耦合等离子体 - 原子发射光谱法; 硫酸阿托品; 四苯硼钠; 氯化钾; 药物分析  
**中图分类号:** R971.92    **文献标识码:** A    **文章编号:** 1671 - 532X(2003)03 - 0047 - 02

硫酸阿托品是一种抗胆碱药, 能解除平滑肌痉挛, 抑制腺体分泌, 临床上用于有机磷中毒、麻醉前给药。该药的测定是比较困难的。现在药典用的方法是萃取分光光度法<sup>[1]</sup>。其它文献报道的方法有示波法<sup>[2~3]</sup>。本研究用 ICP - AES 测定。

四苯硼钠是一种重要的分析试剂, 可与钾、铵、银等一价无机离子及多种有机阳离子发生定量沉淀反应<sup>[2~4]</sup>, 有文献报道, 用等离子发射光谱测定反应剩余的四苯硼钠, 可进行相应物质的间接测定<sup>[5~6]</sup>。但该法在测定硼时仪器有严重的“记忆效应”, 测量时要注意修正, 否则会引起系统误差。原子光谱法也是测定钾的常用方法<sup>[7~8]</sup>。

本文在酸性介质中用过量四苯硼钠使硫酸阿托品沉淀完全, 滤去沉淀, 再用过量的氯化钾沉淀滤液中剩余的四苯硼钠, 测定滤去四苯硼钠沉淀后滤液中的钾。该方法可进一步推广到等离子发射光谱在其它药物测定方面的应用。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与工作条件

美国 PE 公司 OPTIMA4000 等离子发射光谱仪, 高频频率 40 MHz, 输出功率 1.0 kW, 等离子气流量 15 L/min, 辅助气流量 0.6 L/min, 雾化气流量 0.7 L/min, 溶液提升量 1.2 mL/min。

### 1.2 试剂

0.01000 mol/L 四苯硼钠标准溶液,  $6.000 \times 10^{-3}$  mol/L 硫酸阿托品标准溶液, 2 mol/L NaAc - HAc (pH 5.0) 缓冲溶液, 0.01000 mol/L 氯化钾标准溶液。

### 1.3 实验方法

在 50 mL 容量瓶中, 精密加入 10.00 mL 0.01000 mol/L 四苯硼钠标准溶液, 加入 2 mol/L NaAc - HAc (pH 5.0) 缓冲溶液 10 mL, 准确称取样品溶液 5.00 mL (约含硫酸阿托品  $3 \times 10^{-5}$  mol) 在不断振荡下缓慢加水稀释至刻度, 摇匀, 放置 5 min。干过滤, 用移液管吸取滤液 25.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 准确加入 10.00 mL 0.01000 mol/L 氯化钾标准溶液, 定容, 干过滤, 准确吸取滤液 25.00 mL 于 100 mL 容量瓶中以水定容, 作为待测液。于 766.49 nm 波长处测定标准及样品溶液的发射光谱强度, 确定剩余钾的含量, 间接计算硫酸阿托品的含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶液 pH 值对沉淀的影响

在碱性条件下, 沉淀溶解度大, 测定结果偏低。酸性过强, 四苯硼钠容易分解。本方法经过试验选择在 pH 5.0 NaAc - HAc 的缓冲溶液中进行沉淀, 实验表明, 沉淀明显凝聚, 过滤也迅速, 测定结果准确。

\* 收稿日期: 2003 - 04 - 11

作者简介: 王伟 (1970 - ) 男, 江苏建湖县人, 盐城工学院讲师。

在 pH 5.0 的微酸性溶液中,四苯硼钠与钾离子沉淀完全且速度快,不必放置。

### 2.2 沉淀剂用量的选择

实验结果表明:沉淀剂四苯硼钠的用量与沉淀反应的完全程度有关,四苯硼钠过量 50% 以上均获得满意结果,本法由于样品中组份含量低,为了使沉淀完全又便于后续测定,采用过量 100%,测定结果准确。

一般在氯化钾过量 20% 时就能完全沉淀四苯硼钠<sup>[2]</sup>,本法过量 100%。测定结果准确。

### 2.3 分析线的选择

在被测样品中共存的金属元素种类少且含量低,选择灵敏线高的谱线作为分析线,可提高测定的精确度。实验表明:常见元素钠、铁、铝、钙、镁对钾 766.49 nm 灵敏线无干扰。

### 2.4 酸度与雾化气流量的选择

实验表明:酸度越大,对谱线强度的影响越大。本方法使用 2 mol/LNaAc - HAc,使酸度保持 pH 5.0,同时采用基体匹配法,方便测定。当雾化气流量为 0.7 L/min 时谱线强度最大。

### 2.5 共存物质的干扰

等离子发射光谱有很高的分辨率,常见无机离子对测定无干扰。因实验中四苯硼钠是过量的,凡与四苯硼钠形成沉淀的离子如 Rb<sup>+</sup>、Ag<sup>+</sup>、

NH<sub>4</sub><sup>+</sup> 等离子均能使测定结果产生正误差,不得存在于样品溶液中。

### 2.6 样品分析

准确吸取硫酸阿托品注射液试样 5.00 mL,按实验方法操作。同时做标准和空白,以 ICP - AES 测定。四苯硼钠与硫酸阿托品按 2:1 形成沉淀<sup>[3]</sup>。与药典分光光度法对照,样品测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果与对照分析(n = 5)

Table 1 Results of Sample Determination mg						
本方法测定值			平均值		药典法测定值	
25.07	25.10	24.96	24.98	25.04	25.05	24.87

### 2.7 标准加入回收率试验

在 15.00 mg 硫酸阿托品试样中分别加入 5.00 mg、10.00 mg 和 15.00 mg 硫酸阿托品标准样品,按实验方法测定,测定结果列于表 2,方法标准加入回收率在 96% ~ 102% 之间,相对标准偏差 < 1.2%。

表 2 标准加入回收率试验(n = 3)

Table 2 Recovery Test mg			
试样量	加入量	测量值	回收率/%
15.00	5.00	19.84	96.7
	10.00	25.16	101.6
	15.00	30.00	100.0

### 参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药典编委会. 中华人民共和国药典注释二部[M]. 北京: 化学工业出版社, 1990.

[2] 高鸿. 示波滴定[M]. 南京: 南京大学出版社, 1990.

[3] 孟昭仁. 测定季铵盐类药物含量的示波极谱 - 四苯硼钠滴定法[J]. 分析测试学报, 1999, 18(5): 39 - 41.

[4] 王伟. 碳酸氢铵中氮含量的示波滴定[J]. 无机盐工业, 2001, 33(6): 40 - 41.

[5] 王伟. 碘解磷定的 ICP - AES 法测定[J]. 光谱实验室, 2002, 19(2): 264 - 266.

[6] 刘永明, 李桂芝. 电感耦合等离子体原子发射光谱法间接测定盐酸苯海索[J]. 分析化学, 2001, 29(1): 66 - 69.

[7] 徐振兴, 巩淑清. 原子吸收法和原子发射法测定钾的比较[J]. 光谱学与光谱分析, 1995, 15(2): 81 - 84.

[8] 刘立行, 沈春玉, 赵崇峰. 非完全消化悬浮液进样火焰原子光谱法测定木耳中的钾铜钨[J]. 理化检验(化学分册), 2001, 37(12): 563 - 565.

## Indirect Determination of Atropine Sulfate by Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectroscopy

WANG Wei

(Department of Chemical Engineering of Yancheng Institute of Technology, Jiangsu Yancheng 224003, China)

**Abstract:** The method for indirect determination of atropine sulfate by inductively coupled plasma - atomic emission spectroscopy (ICP - AES) is studied. In the pH 5.0, the atropine sulfate is completely precipitated by excessive sodium tetraphenylborate, and the surplus is precipitated by excessive potassium chloride. The potassium in filtrate is detected by ICP - AES for calculating the content of atropine sulfate. The average recovery is 96% ~ 102% and RSD is less than 1.2%.

**Keywords:** Inductively coupled plasma - atomic emission spectroscopy; Atropine sulfate; Sodium tetraphenylborate; Potassium chloride; Pharmaceutical analysis