

紫外可见分光光度法测定二甲脲中的一甲脲

刘胜高

(山东新华制药股份公司 七车间 山东淄博 255005)

摘 要 本文应用紫外可见分光光度法测定二甲脲中杂质一甲脲的含量,方法简便、快速。一甲脲与对二甲胺基苯甲醛反应生成对二甲胺基-亚共胺基-甲脲。而二甲脲不与对二甲胺基苯甲醛反应,本文利用对二甲胺基-亚共胺基-甲脲在一定波长下的特征吸收进行光度分析,测定二甲脲中一甲脲的含量。

关键词 一甲脲 二甲脲 分光光度法

二甲脲是一种重要的化工原料,广泛应用于咖啡因等医药化工生产中。在生产二甲脲的过程中,伴生着一甲脲杂质。二甲脲中一甲脲的含量大小,不仅影响着二甲脲的纯度,而且对二甲脲为原料的其它化工生产的各项指标也会造成影响。对于二甲脲中一甲脲的含量及其分析,目前还没有正式的国标和企标,本公司也只是根据生产需要,利用高效液相色谱分析法进行抽检。本文利用紫外可见分光光度法,对二甲脲中的一甲脲进行测定,分析时间短,且分析结果满意。

1 实验部分

1.1 基本原理

一甲脲与对二甲胺基苯甲醛反应生成对二甲胺基-亚共胺基-甲脲。而二甲脲不与对二甲胺基苯甲醛反应。利用对二甲胺基-亚共胺基-甲脲在一定波长下特征吸收进行光度分析,可以测定二甲脲中一甲脲的含量。

1.2 仪器及试剂

1.2.1 TU-1800 SPC 紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)

1.2.2 一甲脲标准对照品(质量监测站提供)、二甲脲样品(本公司提供)、对二甲胺基苯甲醛(AR)、硫酸(AR)

1.3 吸收光谱的测定

1.3.1 样品配制 称取0.15g一甲脲标准对照品,溶于蒸馏水中,稀释至250 mL。取1.0 mL于25.0 mL容量瓶中,加入2.0 mL 2%对二甲胺基苯甲醛的10%硫酸溶液,用蒸馏水稀释至25.0 mL。取1.0 mL,用蒸馏水的稀释至100 mL,得溶液A。取2.0 mL 2%对二甲胺基苯甲醛的10%硫酸溶液于25.0 mL容量瓶中,加蒸馏水稀释至刻度,取1.0 mL用蒸馏水稀释至100 mL得溶液B。

1.3.2 仪器参数对溶液A、B依次进行光谱扫描,扫描范围 200~550 nm;狭缝宽度 2 nm;扫描速度 中速;记录范围 0.000~2.000 A

对比溶液A和B两谱图,从谱图可知,352 nm是A溶液的最大吸收波长,溶液B在此波长处也有很大的吸收,且峰形与溶液A相差不大。此吸收应是对二甲胺基苯甲醛的吸收。两谱图中,吸收相差最大的波长在430 nm处。在430 nm处,B溶液的吸收几乎为零,即对二甲胺基苯甲醛的吸收几乎为零。

通过以上分析,选定430 nm 为分析波长。

1.4 校正曲线的线性 称取0.15g 一甲脲标准对照品,用蒸馏水溶解并稀释至250 mL。分别吸取1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL于25.0 mL容量瓶中,加入5.0 mL 2%对二甲胺基苯甲醛的10%硫酸溶液,蒸馏水稀释至刻度。在430 nm 波长处进行分析。以吸光度A对浓度C作线性回归处理,得回归线性方程: $y=3.168x+0.02253$ $r=0.9994$ 分析结果如表1,作出A-C图如图1。

表1 样品浓度与吸光度的关系

样品号123456

样品浓度(mg/mL)0.02460.04920.07380.09840.12300.1476

吸光度(A)0.1030.1750.2620.3270.4110.494

2 二甲脲样品分析

2.1 样品制备:

称取约3.0g 二甲脲样品,用蒸馏水溶解并稀释至50 mL。混匀后,量取10.0 mL于25.0 mL容量瓶中,加入5.0 mL 2% 对二甲氨基苯甲醛的10% 硫酸溶液,然后用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

2.2 抽取本公司生产的二甲脲样品6批,按2.1 制备样品后,在430nm长处进行测定,结果如 表2。

表2 6批二甲脲样品分析结果

批号2411241224132414 24152416

吸光度0.0970.1230.1070.1170.1030.082

样品浓度(%g/g)0.1020.1130.0970.1150.1210.099

2.3 方法回收率:

取一批二甲脲样品,用高效液相色谱准确测定一甲脲的含量。然后,通过加入少量的一甲脲 标准对照品,配制成不同浓度的模拟样品溶液,用本方法测定其浓度,计算回收率,如表3。

表3 方法的回收率测定结果

样品号12345

理论值(羰/mL)87112137162187

测得值(羰/mL)86.2110.7136.3160.5186.3

回收率(%)99.198.899.599.199.6

3 结果与讨论:

本方法利用一甲脲衍生物的吸光特性,采用紫外可见分光光度法进行分析。在同期大批量生产过程中,经建立一甲脲的线性方程,就可简单、快速的分析出二甲脲样品中的一甲脲含量。

本方法实用于一甲脲与尿素通过合成反应的二甲脲中一甲脲杂质的测定。当生产工艺发生改变时,应重新验证方法的可行性。

TU-1800 SPC 紫外可见分光光度计的良好性能,保证了测试数据的精密度,操作性能的稳定可靠。