

快速测定血液保养液中枸橼酸钠含量

西安市中心血站(西安 710061) 王俊平 蒋冬玲

西安市药品检验所(西安 710061) 李百华

血液保养液中枸橼酸、葡萄糖的含量测定方法简便快速,唯有枸橼酸钠测定方法繁琐费时,不能满足半成品检验的要求。我们对已报道的枸橼酸钠含量测定方法做了对比研究,在美国药典(USP)21 版方法基础上进行改进,改进后的方法准确,简便,快速。

1 处方、仪器与试药

处方:

枸橼酸钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$) 13.3g

枸橼酸 ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) 4.7g

葡萄糖 ($C_6H_{12}O_7 \cdot H_2O$) 30g

注射用水 加至 1000ml

pHS-2 型酸度计,上海第二分析仪器厂。79HW-1 型恒温磁力搅拌器,浙江乐成电器厂。枸橼酸、枸橼酸钠(注射用),广东台山新宇制药厂。葡萄糖(注射用),重庆制药五厂。

2 方法与结果

2.1 用 PH4.003(25℃)标准缓冲溶液定位。

2.2 精密量取血液保养液 50ml,置烧杯中,将烧杯放在电磁搅拌器上,插入甘汞电极、玻璃电极,在搅拌下,以盐酸液(0.5mol/L)滴定至 PH 值 2.0,滴定结果以 50ml 新鲜煮沸放冷的蒸馏水做空白试验校正即得。每 1ml 的盐酸(0.5mol/L)相当于 49.02mg 的 $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ 。

计算 百分标示量 =

$$\frac{(V_{\text{样}} - \frac{1}{2}V_{\text{空}}) \times \text{浓度校正因素} \times \text{滴定度}}{\text{取样量} \times \text{标示量}} \times 100\%$$

2.3 结果 采用上述改进后电位法,USP(21 版)方法,非水法三种方法,对 10 批样品进行测定。结果见表 1:

表 1 三种方法测定同一样品结果

| 实验号 | JSP 电位法(%) | 改进后电位法(%) | 非水法(%) |
|-----|------------|-----------|--------|
| 1 | 96.87 | 100.75 | 99.70 |
| 2 | 97.79 | 102.39 | 102.50 |
| 3 | 97.87 | 101.94 | 101.82 |
| 4 | 97.04 | 101.09 | 101.57 |
| 5 | 96.78 | 101.20 | 100.00 |
| 6 | 96.22 | 100.00 | 100.25 |
| 7 | 96.85 | 101.04 | 100.62 |
| 8 | 95.92 | 100.04 | 100.57 |
| 9 | 95.68 | 99.72 | 99.51 |
| 10 | 96.43 | 100.64 | 100.78 |

※上述数据为平行操作二份次测定的平均值,下表同。

表 1 三种方法测定结果经 t 测验,USP 电位法与非水法比较, $P < 0.01$, 差别非常显

著;改进后电位法与非水法比较, $P > 0.05$, 差别不显著。说明改进后电位法测得值与非水法很接近, 两者没有明显差异。

3 回收率实验

取含枸橼酸钠 1.1184%(g/ml)的血液保养液, 分别加入干燥至恒重的枸橼酸钠一定量, 按改进后电位法测定。结果见表 2。

表 2 回收率实验结果

| 实验号 | 投料量 | 加入量 | 测得量 | 回收率(%) |
|-----------|--------|--------|-----------|--------|
| 1 | 1.1184 | 0.1105 | 1.2259 | 97.28 |
| 2 | 1.1184 | 0.2201 | 1.3444 | 102.68 |
| 3 | 1.1184 | 0.3300 | 1.4450 | 98.97 |
| 4 | 1.1005 | 0.1268 | 1.2289 | 101.26 |
| 5 | 1.1005 | 0.2453 | 1.3494 | 101.47 |
| 6 | 1.1005 | 0.3460 | 1.4440 | 99.28 |
| X=100.16% | | | RSD=1.98% | |

4 讨论

4.1 血液保养液中枸橼酸钠含量测定方法, 报道的有中和法^[1]、非水法^[2]、离子交换法、火焰光度法^[3]、银量法^[4]、钠钾离子仪法^[5]、电位法^[6]等。上述方法中, 除银量法外, 我们逐一进行了实验比较。中和法终点不明显, 是引起误差的主要原因; 非水法样品需要干燥 30min, 所用器皿必须干燥; 离子交换法花费时间长, 冲洗液体积大, 有处理再生树脂的麻烦; 火焰光度法和钠钾离子仪测定法重现性差一些, 而且需要标准溶液对照, 标准溶液不易保存; 电位法快速、简便、所需设备简单, 能完全满足制剂生产的需要, 不足之处是测定结果偏低, 回收率仅在 96%左右。因此, 我们选择电位法进行改进。

4.2 原方法以 1.3mol/L 盐酸为标准溶液, 血液保养液取样量 50ml, 消耗标准溶液仅 5~7ml。由于标准溶液浓度大, 近终点时, 少 1 滴不足, 多 1 滴往往过量。消耗标准溶液体积偏少, 误差相对大。改为以 0.5mol/L 盐酸为标准溶液后, 取样量不变, 消耗标准溶液约在 13~15ml 左右, 比较适合。

4.3 原方法将终点定为 pH1.98 ± 0.02, 经过实验对比, 将滴定终点准确定为 pH2.0, 重现性更好。而且标准溶液浓度改为 0.5mol/L 盐酸后, 准确滴定至 pH2.0 很容易。

4.4 原方法以 50ml 蒸馏水为空白, 消耗标准溶液 1.5ml 左右, 约占样品消耗标准溶液的 1/10。空白消耗标准溶液过多, 则造成回收率偏低。这主要是因为蒸馏水与血液保养液的 pH 值、离子强度差别较大, 液体接界电位不相等^[7]。要消除这种误差, 就要增加蒸馏水中的离子强度, 给操作带来麻烦。实验证明, 改为减去 1/2 空白后, 测定结果与非水法一致。

参考文献

- [1] 济南部队后勤部卫生部. 药局技术操作手册. 济南: 山东科技出版社, 1984. 705-706
- [2] 张小纯. 西北药学杂志, 1988. 3(1): 43
- [3] 孙光顺. 药学通报, 1985. 20(4): 199
- [4] 廖克强. 中国医药学杂志, 1987. 7(3): 130
- [5] 伍国梁. 药学通报, 1988. 23(10): 615
- [6] 高宏科. 电位法测定血液保养液中枸橼酸钠的含量. 药学通报, 1987. 2(4): 223
- [7] 南京药学院主编. 分析化学. 第 1 版. 北京: 人民卫生出版社, 1979. 254

四苯硼钠法测定山莨菪碱片及盐酸山莨菪碱注射液的含量

沈阳军区后勤部药品检验所(沈阳 110026) 王锦 李颖

摘要 本文采用四苯硼钠法测定莨菪碱片, 盐酸山莨菪碱注射液的含量。方法简便、快速、回收率分别为 99.55 ± 0.28%, 99.96 ± 0.44%, 经测定 4 个厂家的 3 批片剂、4 批注射液, 均与药品标准进行了比较, 结果