

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

一致。

关键词 山莨菪碱 四苯硼钠法

山莨菪碱(654-2)为胆碱能神经阻滞药,临床应用广泛且疗效肯定。常见制剂为山莨菪碱片及盐酸山莨菪碱注射液。文献含量测定采用提取非水滴定法^[1],或蒸干非水滴定法^[2],操作烦琐要求条件较高。本文经试验,发现在酸性条件下山莨菪碱与四苯硼钠 1:1 定量沉淀,据此建立了四苯硼钠法测定其含量的方法:即在样品液中加入定量过量的四苯硼钠溶液,待山莨菪碱与四苯硼钠沉淀后,以溴酚蓝为指示剂,用羟铵盐标准液回滴剩余的四苯硼钠。现介绍如下:

一、试剂与药品

0.02mol/L 四苯硼钠溶液,醋酸-醋酸钠缓冲液(pH3.7),溴酚蓝指示剂;0.01mol/L 羟铵盐标准液均按《中国药典》(1990 年版)配制或标定;

山莨菪碱、盐酸山莨菪碱均由杭州民生制药厂提供,批号:921115,921204,药用原料,符合浙江省药品标准(83 年版)。

山莨菪碱片,批号:920433,920827,910314,市售品。

盐酸山莨菪碱注射液,批号:7712124,92080410,900804,920201,市售品。

二、测定方法

精密称取或精密量取样品适量(约相当于山莨菪碱 30~50mg),置 50ml 量瓶中,加 HAC-NaAC 缓冲液(pH3.7)10ml,精密加入四苯硼钠液(0.02mol/L)10ml,加水稀释

至刻度,摇匀,过滤,弃去初滤液,精取续滤液 25ml,加溴酚蓝指示液 10 滴,用 0.01mol/L 羟铵盐液滴定,并将滴定的结果用空白校正。每 1ml 0.02mol/L 四苯硼钠液相当于 6.108mg 的 $C_{17}H_{23}NO_4$ 或 6.836mg 的 $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$ 。

三、回收率试验

1. 片剂:精密称取在 80℃ 干燥至恒重的山莨菪碱适量,按处方量加入淀粉、糊精、硬脂酸镁、滑石粉等辅料,混匀,依“测定方法”进行测定,6 次测定平均回收率为 99.55%,RSD 为 0.28%。

2. 注射液:精密称取在 80℃ 干燥至恒重的盐酸山莨菪碱适量,按处方加氯化钠及注射用水制备成注射剂小样,依“测定方法”进行测定,6 次测定平均回收率为 99.96%,RSD 为 0.44%。

四、样品测定

1. 片剂:取本品 20 片,精密称定,研细精密称取适量(约相当于山莨菪碱 30mg),依“测定方法”进行测定。

2. 注射液:精密量取本品适量(约相当于盐酸山莨菪碱 50mg),依“测定方法”进行测定。

用本法和药品标准法(非水滴定法^[1]),分别测定了不同厂家生产的山莨菪碱片 3 批,盐酸山莨菪碱注射液 4 批,结果见表 1。

表 1 两法测定结果比较(为标示量% n=3)

	批 号	四苯硼钠法	药品标准法
片剂	920433	105.80	105.39
	920827	93.93	93.63
	910314	94.53	94.52
注射液	7712124	97.54	97.71
	92080410	90.85	91.04
	920201	98.93	98.91
	900804	99.63	99.59

结果表明,两种方法测定的结果是一致的($P>0.05$)。

五、结论与讨论

1. 经试验,四苯硼钠在 pH3.7 的酸性溶液中与山莨菪碱生成的沉淀颗粒较大,易于过滤且按 1:1 比例定量进行。

2. 在样品溶液中加入四苯硼钠液后,立即测定,或放置 0.5、1、2h 后测定所得结果一致。

3. 片剂、注射液中所加辅料,添加剂不干扰测定。

4. 四苯硼钠液不够稳定,温度高,酸度大均易分解,故采用回滴法并做空白校正以消除误差。

5. 本法简便、快速、准确,有良好的重现性,测定结果与药品标准法较一致,可用于山莨菪碱片及盐酸山莨菪碱注射液的含量测定。

参考文献

[1]辽宁省卫生厅. 辽宁省药品标准. 1987. 657

[2]天津市卫生局. 天津市药品标准. 1990. 540

紫外分光光度法直接测定复方苯甲酸酐(怀氏酐) 中水杨酸和苯甲酸各自的含量

上海市虹口区药品检验所(上海 200081) 周大中

摘要 本文采用双波长法,经过数学运算,只须测定两个波长处的吸收值,代入算式,即可直接得出复方苯甲酸酐中水杨酸及苯甲酸各自的含量,结果满意。此法较现使用的测“总酸量”法更为准确、可靠。

关键词 直接测定 复方苯甲酸酐 水杨酸 苯甲酸

中国医院制剂规范^[1](简称“规范”)和一些省市医院制剂手册^[2]中均记载了复方苯甲酸酐(怀氏酐),但其含量测定均为测定“总酸量”,而未能将苯甲酸和水杨酸各自的含量分别测出。笔者试用双波长法,经过数学运算,只须测定两个波长处的吸收值,代入算式即可直接算出复方苯甲酸酐中水杨酸及苯甲酸各自的含量,结果满意。现介绍如下:

1 仪器和材料

紫外分光光度计(岛津 UV-240),水杨酸(分析纯),苯甲酸(分析纯),乙醇(分析纯)。

2 测定条件的选择

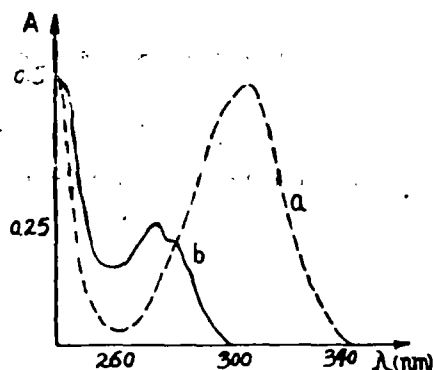
2.1 溶液的配制及吸收光谱

2.1.1 水杨酸醇溶液的吸收光谱

取水杨酸适量,用 70%乙醇溶解并配制成 0.002% 的溶液,照分光光度法,在 240—340nm 范围内自动扫描,在 260 处有最小吸收(波谷),在 302nm 处有最大吸收(附图)。

2.1.2 苯甲酸醇溶液的吸收光谱

取苯甲酸适量,用 70%乙醇溶解并配制成 0.004% 的溶液,照分光光度法,在 240—340nm 范围内自动扫描,在 258nm 处有最小吸收,在 237nm 处有最大吸收,在 302nm 处无吸收(附图)。



附图 复方苯甲酸酐吸收光谱

a 水杨酸醇溶液

b 苯甲酸醇溶液