

波长, 甲氧苄氨嘧啶的峰型变窄, 峰增高, 提高其检测的灵敏度, 兼顾了两组分的含量测定, 有利于两组分的定量分析, 见图2。

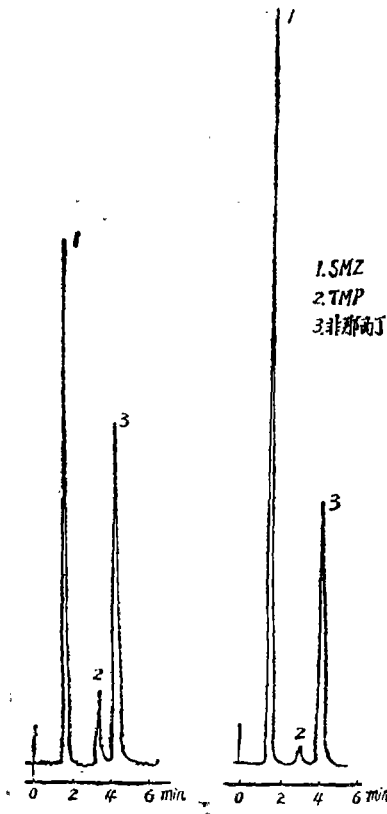


图2 波长240nm 色谱图 波长254nm 色谱图

2. 文献报道, 用反相高效液相色谱测定磺胺甲基异恶唑, 甲氧苄氨嘧啶, 选用的流动相有甲醇—磷酸盐缓冲液、乙腈—10%醋酸, 本实验采用甲醇—醋酸—氨水缓冲液 (pH=7), 配制极为方便, 分离所得的色谱峰又较理想。

3. 测定磺胺甲基异恶唑、甲氧苄氨嘧啶, 文献报道的内标有磺胺甲氧嗪、磺胺噻唑、磺胺脒、非那西丁 (美国药典采用)。在前述色谱条件下, 非那西丁为内标物, 保留时间适中, 且能与磺胺甲基异恶唑, 甲氧苄氨嘧啶完全分离开, 见图2 (1), 保留时间、磺胺甲基异恶唑1.60分、甲氧苄氨嘧啶3.38分、非那西丁 (内标) 4.23分。

4. 本文所拟订的方法, 选用国产填料 YWGC18 装填的色谱柱, 用非那西丁为内标, 线性关系, 回收率均好, 方法简便、快速、准确、适用复方新诺明片中磺胺甲基异恶唑、甲氧苄氨嘧啶的同时含量测定。

参 考 文 献

1. 中国药典 (二部), 299页, 1985
2. U. S. P 995页, 1985
3. Vree T. B et al; J. chromatogr, 146 (1978) 103~112

20%甘露醇注射液六种含量测定方法之比较

解放军第401医院 许自明 朱宝玉

摘要 通过对20%甘露醇注射液六种测定方法的研究和回收实验, 证实旋光 I 法和旋光 II 法差异不显著; 旋光 II 法、中国药典法和英国药典法较准确; 比重法、折光法误差较大, 但经设校正系数后, 与中国药典法测定结果基本一致, 故均可用于20%甘露醇注射液含量测定。实验还证实旋光法的测定结果不受加热和放置时间的影响, 故在实验操作时可略去加热和放置等步骤。

20%甘露醇注射液是临床常用输液之一, 其含量测定有多种, 中国与英国药典系

用高碘酸钠法, 医院则多采用折光法、旋光法和比重法作快速测定。高碘酸钠法结果准

确,但操作繁琐费时;旋光法、折光法和比重法虽操作简便、快速,但准确度与高碘酸钠法是否有差别,这正是本实验的目的。同时还回答了加入硼砂或钼酸铵后,放置和加热时间对测定结果的影响,并与中国药典法测定结果进行了比较。

一、仪器与试剂

1. 仪器: WZZ自动指示旋光仪(上海光学仪器修理厂); WZS—1型阿贝折光仪(上海光学仪器厂); TG72913型单盘电光分析天平(上海天平仪器厂)。

2. 试剂: (1) 硼砂(G. R); (2) 钼酸铵(A. R); (3) 硫酸(A. R); (4) 高碘酸钠(C. P); (5) 碘化钾(A. R); (6) 硫代硫酸钠(A. R); (7) 甘露醇(符合中国药典); (8) 碳酸氢钠(C. P); (9) 三氧化二砷(G. R); (10) 碘(A. R)。

二、测定方法与含量计算

中国药典法⁽¹⁾按中国药典85版操作; 英国药典法⁽²⁾按英国药典80版操作; 旋光测定法加硼砂为旋光I法、加钼酸铵为旋光II法;

旋光I法⁽³⁾: 精取本品50ml, 加入100ml量瓶中; 另取硼砂12.8g, 溶于40ml的热水中, 然后加入上述量瓶中, 并加水至刻度, 摇匀。用蒸馏水调零点, 依旋光法测定旋光度, 与4.2553相乘, 即得本品百分含量。

旋光II法⁽⁴⁾: 精取本品5ml, 加入100ml的量瓶中, 加入1→18.8钼酸铵溶液75ml, 加1→35硫酸至刻度, 摇匀, 用蒸馏水调零点, 依旋光法测定旋光度, 与7.0922相乘, 即得本品百分含量。

折光测定法: 依法测定折光率。

$$X = \frac{n - n_0}{F}$$

X—检品中甘露醇百分含量(g/ml);
n为20℃时检品的折光率; n₀为20℃时水的折

光率, 等于1.3330; F—等于0.00154, 为检品溶液每增加1%时、折光率增加之数值。计算中温度变化1℃, 折光率变化0.0001, 校正T值。

比重测定法(未发表资料): 取精密称定干燥的比重瓶, 加入已升温至30℃检品, 加塞、擦净、精密称定, 然后用30℃蒸馏水将比重瓶冲洗干净, 加入30℃蒸馏水, 加塞、擦净、精密称定, 按下式计算比重:

$$\text{比重} = \frac{(\text{检品} + \text{比重瓶}) \text{重量} - \text{干燥比}}{(30^\circ\text{C水} + \text{比重瓶}) \text{重量} - \text{干燥}} \times \frac{\text{重瓶重量}}{\text{比重瓶重量}}$$

以比重为x, 标示量为y, 回归方程为:

$$y = 1138x - 1110.634 \quad r = 0.9999$$

将比重值代入方程, 即可得到本品的标示量。

三、实验结果

(一) 回收实验:

1. 20%甘露醇标准液的配制⁽⁵⁾: 精取甘露醇100g, 加入500ml量瓶中, 加水400ml, 加热使溶解, 冷却至20℃, 加水至刻度, 摇匀, 分装于干燥输液瓶内, 以115℃热压灭菌30分即得。

2. 回收实验设计: 本实验使用二批标准液分别用中国药典法、英国药典法、折光法、比重法和旋光法测定其回收率。在旋光法中, 加入硼砂或钼酸铵后分别放置0、20、40、60分, 加热煮沸10、20、30分, 测定回收率, 结果见表1、2。表中之值是三次测定的平均值, 被测溶液为20℃。

表1 四种测定方法回收率

测定方法	回 收 率		平均值
	870902—1	870902—2	
中国药典法	98.99	98.91	98.85
英国药典法	98.00	98.88	98.47
折光法	91.80	92.21	92.01
比重法	105.88	106.00	105.94

表2 旋光法的回收率 (%)

	870902-1	870902-2	平均值
旋光 I 法:			
放置(min) 0	101.60	101.06	101.33
20	101.17	100.96	101.07
40	101.06	101.06	101.06
60	100.96	101.49	101.23
煮沸(min) 10			
20	101.38	99.68	100.53
30	101.74	100.00	100.87
旋光 II 法:			
放置(min) 0	98.76	101.24	100.00
20	99.98	101.06	100.52
40	99.65	100.89	100.27
60	99.65	100.71	100.18
煮沸(min) 10			
20	98.76	99.47	99.12
30	100.00	99.65	99.83

(二) 各种方法的测定结果

在常用的旋光法中,要求在加入硼砂或钼酸铵后放置1h或加热煮沸。但通过回收实验初步证明,上述条件对测定结果的影响,差异不显著。为获得更可靠的数据,按照回收实验设计,共测定了六批检品(含二批标准液),结果见表3、4。表中之值是三次测定结果平均值。

(三) 比重法与折光法的校正系数

尽管比重法和折光法测定结果的精密度较高,但与中国药典法相比偏差较大,折光法标示量平均偏低6.57%,比重法标示量平均偏高6.67%。为使操作简便的折光法和比重法测定结果与中国药典法测定结果相一致,用下式确定校正系数:

$$F = \frac{A}{B}$$

表3 六批输液测定的结果

测定方法	检品批号						平均值
	870902-1	870902-2	860412	870429	861107	860828	
中国药典法	19.80	19.78	19.58	18.80	18.58	19.64	16.36
英国药典法	19.61	19.78	19.46	18.56	18.47	19.61	19.30
折光法	18.36	18.44	18.28	17.53	17.37	18.31	18.05
比重法	21.18	21.20	0.86	20.14	16.80	20.99	20.70

F—校正系数;A—中国药典法六批检品测定结果的平均值;B—比重法或折光法测定结果的平均值。

四、讨 论

1. 由表1、表2可看出,两批标准溶液的回收率,以中国药典法、英国药典法和旋光 II 法较正确,旋光 I 法稍偏高,折光法和比重法误差较大。

2. 折光法测定结果与中国药典法相比, $P < 0.01$, 差异极显著⁽⁸⁾; 校正系数 $F = \frac{19.36}{18.05} = 1.073$; 比重法测定结果与中国药典法相比, $P < 0.01$, 差异极显著⁽⁸⁾, 校正系数 $F = \frac{19.36}{20.70} = 0.9353$ 。

3. 英国药典法和旋光 I、II 法测定结果与中国药典法相比, $P > 0.2$, 无显著差异⁽⁸⁾。

4. 旋光 I、II 法放置 0 min 的测定结果,与其它放置和加热时间的测定结果比较, $P > 0.2$, 无显著差异⁽⁸⁾。初步实验证明,使用旋光法时溶液的温度对测定结果有影响,故本实验控制在 20℃。

5. 实验后期旋光 I 法测定结果与其它方法测定结果稍有偏离的趋势,是否与实验周期长、钼酸铵试液放置较久有关,有待进一步证实。

6. 上述校正系数仅适用于本文规定的计算公式及条件。

表4 旋光法测定结果 (%)

	样品批号						平均值
	870902-1	870902-2	860412	870129	860828	861106	
旋光Ⅰ法:							
放置(min) 0	20.32	20.21	19.81	19.31	19.83	19.06	19.76
20	20.23	20.19	19.79	19.19	19.79	19.62	19.70
40	20.21	20.21	19.87	19.26	19.91	19.09	19.76
60	20.19	20.30	19.83	19.30	19.85	19.06	19.76
煮沸(min) 10	20.29	19.83	19.57	19.28	19.91	18.98	19.64
20	20.28	19.94	19.79	19.43	19.96	19.02	19.74
30	20.35	20.00	19.70	19.28	20.06	18.89	19.71
旋光Ⅱ法:							
放置(min) 0	19.75	20.25	19.47	18.37	19.50	18.12	19.24
20	20.00	20.21	19.50	18.90	19.49	18.16	19.36
40	19.93	20.18	19.54	18.58	19.54	18.08	19.31
60	19.93	20.14	19.57	18.62	19.43	18.09	19.30
煮沸(min) 10	19.75	19.89	19.47	18.37	19.50	18.06	19.17
20	19.75	19.82	19.61	18.48	19.47	18.16	19.22
30	20.00	19.93	19.57	18.65	19.50	18.16	19.30

致谢: 感谢方子季主任药师、吴骅主任医师、张西安主管药师、王菊荣药师给予指导和大力协作。

参 考 文 献

1. 中国药典1985年版, 二部, 1985: 60
2. BP1980, 1: 271

- BP1980, 2: 633 A44~45
3. 烟台地区卫生局编: 医院制剂规范 1983: 195
4. 海军后勤部卫生部: 医院制剂选编 1985: 432~33
5. 青岛市卫生局: 医院制剂规范 1983: 250
9. 于如馥·分析化学(上册), 第二版, 北京: 人民卫生出版社, 1986: 27~30

氯化铵甘草合剂中氯化铵的含量测定

空军上海第一医院 李 吉 范德贤

提要 本文报道采用佛尔哈德法测定氯化铵甘草合剂中氯化铵的含量。平均回收率: 100.03%, 变异系数0.28%。并就摩尔银量法测定偏高的原因进行了探讨。

关键词: 氯化铵; 复方甘草合剂; 摩尔银量法; 佛尔哈德银量法。

氯化铵甘草合剂中氯化铵的含量测定方法, 各地标准及制剂手册中均采用摩尔银量法^(1,2)。实际应用测得结果偏高。本文通

过实验在硝酸酸性条件下, 采用佛尔哈德银量法测定氯化铵的含量, 结果满意。

一、处方组成: