

## pH 指示剂吸收度比值法测定复方乳酸钠注射液 3 号乳酸钠含量

李贤文

(广州军区广州总医院药局 广州 510010)

复方乳酸钠注射液 3 号中的乳酸钠,其含量测定有多种方法,如离子交换-中和法<sup>[1]</sup>、非水法<sup>[2]</sup>、电位测定法<sup>[3]</sup>、以重铬酸钾为氧化剂的氧化还原法<sup>[4]</sup>、离子色谱法<sup>[5]</sup>等等。本文应用 pH 值指示剂吸收度比值法<sup>[6]</sup>测定复方乳酸钠注射液 3 号中的乳酸钠,并编制 Basic 程序<sup>[7]</sup>在微机上计算其含量。实验证明,该方法简便、准确、快速,是一种可行的复方乳酸钠注射液 3 号中乳酸钠含量测定方法。

### 一、仪器、药品与试剂

(一) Cecil 6000UV 英国产。

(二) 乳酸钠(无锡市第二制药厂出品,符合中国药典 90 版标准) 用非水法、离子交换法及氧化还原法分别测定乳酸钠溶液含量,平均值为 51.30%(g/ml)、42.64%(g/g)。

(三) 0.1mol/L 盐酸标准液 按药典要求配制 0.1mol/L 盐酸标准液。经标定,实际浓度为 0.10023mol/L。

(四) 0.05% 溴酚蓝二氧六环溶液指示剂 精密称取 0.05g 溴酚蓝于 100ml 容量瓶中,用二氧六环溶解并稀释至刻度。

(五) 复方乳酸钠注射液 3 号 本院药局生产。

(六) 基质液(不含乳酸钠的复方乳酸钠注射液 3 号) 按处方配比配制不含乳酸钠的复方乳酸钠注射液 3 号作为基质液。

### 二、测定方法

(一) 不同 pH 指示剂吸收度 精密吸取 0.05% 溴酚蓝二氧六环溶液指示剂 3.00ml,放入已盛有 50ml 基质液的烧杯中,摇匀。在 pH 值 3.90, 3.20, 3.00, 2.65, 2.40, 2.10 情

况下,于 400~700nm 处扫描其吸收光谱(图略)。得知该指示剂在 436nm、593nm 处有最大吸收峰,峰值见表 1,且各峰处吸收度值随 pH 值改变而改变。说明该指示剂在基质液中吸收峰值随 pH 值变化而有规律性改变。

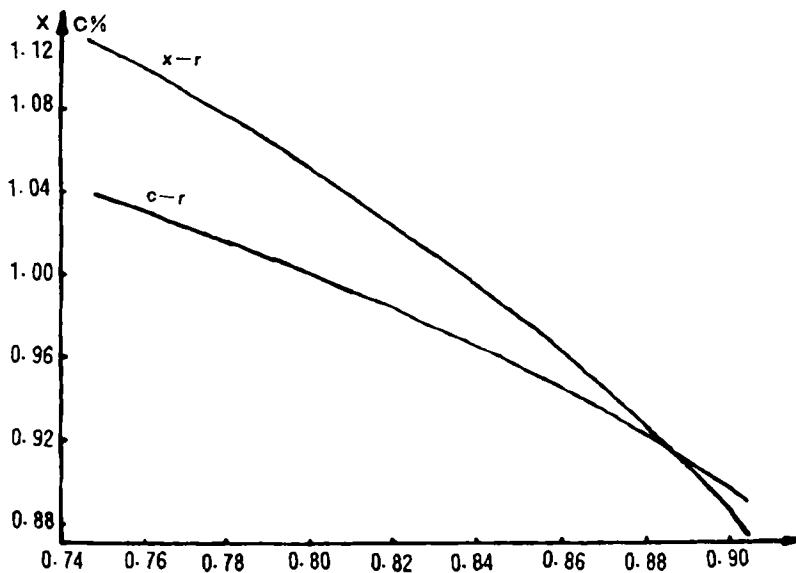
(二) 选择含量测定指标 根据各 pH 值下吸收峰值计算出各 pH 值下的吸收度比值  $R, R = A_{436} / (A_{436} + A_{593})$  (见表 1)。在坐标纸上绘制 pH-R 曲线(图略)。曲线表明,在 pH2-3(乳酸钠与盐酸反应等当点附近),斜率较大。此处 R 值用作含量测定指标,应有比较好的灵敏度。

表 1 各 pH 值下的吸收度比值

pH	A <sub>436</sub>	A <sub>593</sub>	R
3.90	0.414	1.460	0.221
3.20	0.689	0.527	0.568
3.00	0.738	0.366	0.670
2.65	0.796	0.175	0.822
2.40	0.815	0.107	0.887
2.10	0.824	0.051	0.948

(三) 工作曲线数据的测定和计算 配制一系列浓度的复方乳酸钠注射液 3 号标准液,含乳酸钠 0.275~0.350%。精取每一浓度标准液 50ml,置三角烧瓶中,精密加入 0.05% 溴酚蓝二氧六环指示液 3.00ml,再精密加入 14.00ml 0.10023mol/L 盐酸标准液,摇匀。以基质液为空白分别测定 436nm、593nm 处吸收度值,计算  $R = A_{436} / (A_{436} + A_{593})$ 。再根据理论消耗盐酸液量  $V'$  与实际加入盐酸液量  $V$  计算中和度  $X = V/V'$ ,测定及有关计算结果见表 2。并以  $X(C)$  为纵坐

标, R 为横坐标绘制一条工作曲线, 见附图。



附图 X(C)-R 工作曲线图

表 2 工作曲线数据测定和计算结果

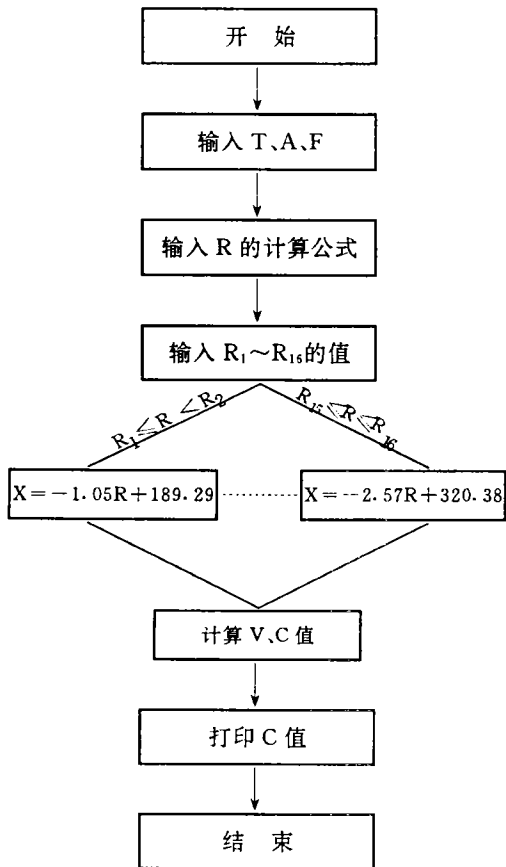
编号	C(%)	V(ml)	V'(ml)	X	A436	A593	R
1	0.275	12.24	14	0.8743	0.849	0.089	0.9051
2	0.280	12.46	14	0.8900	0.846	0.095	0.8990
3	0.285	12.68	14	0.9057	0.845	0.104	0.8904
4	0.290	12.90	14	0.9214	0.844	0.112	0.8828
5	0.295	13.13	14	0.9379	0.838	0.120	0.8747
6	0.300	13.35	14	0.9536	0.834	0.130	0.8651
7	0.305	13.57	14	0.9693	0.831	0.139	0.8567
8	0.310	13.80	14	0.9857	0.829	0.150	0.8468
9	0.315	14.02	14	1.0014	0.827	0.163	0.8354
10	0.320	14.24	14	1.0171	0.824	0.175	0.8248
11	0.325	14.46	14	1.0329	0.819	0.188	0.8133
12	0.330	14.68	14	1.0486	0.812	0.201	0.8016
13	0.335	14.91	14	1.0650	0.809	0.215	0.7900
14	0.340	15.13	14	1.0807	0.802	0.232	0.7756
15	0.345	15.35	14	1.0964	0.800	0.250	0.7619
16	0.350	15.58	14	1.1125	0.792	0.269	0.7465

(四)人工计算含量方法 在 X(C)-R 曲线上, 根据 R 值找到 X 值, 而计算出样品实际消耗的盐酸标准液毫升数  $V = X \times V'$ ; 含量  $C\% = V \times F \times T / 50 \times 100\%$ 。如使用制

定标准曲线时的同一盐酸标准液, 可在 C-R 曲线上直接查到含量值。

(五)微机计算含量 以 X 为纵坐标, 以 R 为横坐标绘制工作曲线时, 显示出一条比

较平滑的曲线,斜率较小,如用人工寻找适当数据来计算含量,恐带来较大误差。为减小误差,采用了编制计算机程序由计算机计算含量的方法。程序原理:以曲线中相邻两点 X 和 R 的值构成一条直线,并写出其方程式作为编制程序和计算含量的基础。程序结构框图如下:



### 三、回收率试验

精密称取乳酸钠适量于 100ml 容量瓶中,用基质液稀释至刻度。用上述方法测定吸收度,在计算机上运行编制好的程序即得乳酸钠含量。

回收率% = 测得量/投入量 × 100%, 结果见表 3。

平均回收率 100.36%, RSD=0.18%。

### 四、样品测定及与氧化还原测定法比较

精取各批检品 50ml,用上述方法测定吸

收度值,计算乳酸钠含量。再精取同批各检品 50ml,按氧化还原法测定,计算乳酸钠含量。结果见表 4。

表 3 回收率测定结果

编号	投入量(g)	测得量(g)	回收率(%)
1	0.2756	0.2765	100.33
2	0.2949	0.2965	100.54
3	0.3213	0.3217	100.12
4	0.3405	0.3427	100.43

表 4 样品测定及与氧化还原测定法比较结果

编号	批号	标示量 (%)	测得量(%)	
			吸收度比值法	氧化还原法
1	931223	0.31	0.3108	0.3100
2	940118	0.31	0.3224	0.3200
3	940127	0.31	0.3240	0.3220
4	940301	0.31	0.3273	0.3260
5	940331	0.31	0.3243	0.3206

经方差分析得知吸收度比值法测得值与氧化还原法测得值两组差别无显著意义(P > 0.01)。

### 五、讨论

(一)该方法只适用于复方乳酸钠注射液 3 号乳酸钠定量。如用于复方乳酸钠注射液 1 号、2 号、乳酸钠注射液定量,应改变基质液重新测定工作曲线数据。

(二)该方法简便、快速、很适合于制剂半成品快速分析。该方法在测定时间上比氧化还原法快 5 倍,比离子交换法快 10 倍。

(三)该文将计算机应用到制剂含量测定中,实现了比较好的结合。解决了含量分析当中遇到的分析指标不显著问题。不失为一种开创其它制剂含量测定的可取方法。

### 参考文献

- [1] 总后卫生部·医疗单位制剂规范·北京人民军医出版社,1991年版,1993:421
- [2] 杨建春·复方乳酸钠注射液中乳酸钠的含量测定·贵

州药讯,1983;(1):26  
 [3]沈靖才.复方乳酸钠注射液中乳酸钠的电位测定.内蒙古药学,1988;7(4):  
 [4]朱正来等.平衡液中乳酸钠含量测定方法的改进.现代应用药学,1989;6(6):45

[5]周炜等.离子色谱法同时测定复方乳酸钠注射液中总氯量及乳酸钠含量.中国药科大学学报,1991;22(1):27~29  
 [6]安登魁等.药物分析.人民卫生出版社,1989;55  
 [7]谭浩强等.BASIC 语言.科学普及出版社,1993:100

## 双波长分光光度法测定灭滴灵栓含量

杨荣勤 孟鸿雁 魏立明  
 (解放军第 205 医院药剂科 锦州 121001)

**摘要** 本文采用双波长分光光度法测定灭滴灵栓的含量,克服了非水溶液滴定法温热萃取溶剂的刺激性,操作简便、快速、结果准确。平均回收率 101.02%,RSD 为 0.67%。

**关键词** 双波长分光光度法;灭滴灵栓;含量测定

灭滴灵栓为甲硝唑、吐温-80 和半合成脂肪酸酯组成的阴道栓。辽宁省药品标准<sup>[1]</sup>含量测定为温热冰醋酸萃取后非水溶液滴定法,溶剂具有很强的刺激性与腐蚀性,并且操作繁琐。本文探讨了用双波长分光光度法测定其含量,方法快速简便,结果准确。

### 一、仪器和试剂

W-120-02 型紫外分光光度计,日本岛津公司;甲硝唑对照品,甲硝唑原料经精制;半合成脂肪酸酯,吐温-80,均为药用标准;灭滴灵栓为大连第二制药厂产品。

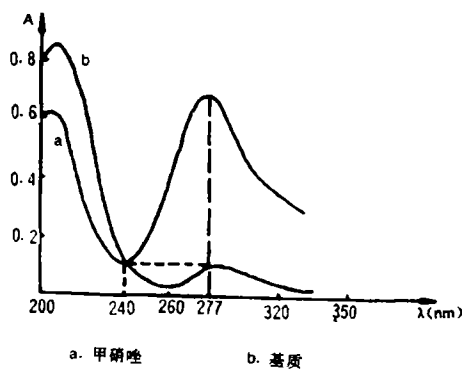
### 二、实验方法与结果

#### (一)吸收光谱的绘制

甲硝唑贮备液(1.0mg/ml)的制备 精密称取甲硝唑对照品 10.0mg 置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L HCl 溶解并稀释至刻度,摇匀即得。

空白基质贮备液的制备 精密称取半合成脂肪酸酯 0.25g 及对应处方量的吐温-80,置小烧杯中,加 0.1mol/L HCl 100.0ml,水浴温热至全溶,趁热转移至 500ml 量瓶中,反复操作 3 次,放冷至室温,用 0.1mol/L HCl 稀释至刻度摇匀,滤过,即得。

分别取上述贮备液各 2.0ml 置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L HCl 稀释至刻度,摇匀;以 0.1mol/L HCl 为空白于 200~350nm 波长范围内扫描,测绘其吸收光谱,见附图。



附图

#### (二)测定波长的选择

由吸收图谱可见,甲硝唑在 277nm 波长处有最大吸收,是为测定波长  $\lambda_1$ ;空白基质经扫描后其在 240nm 波长处与 277nm 波长处紫外吸收值相等,因此我们选用 240nm 波长为参比波长  $\lambda_2$ 。用  $\lambda_{277nm}$  和  $\lambda_{240nm}$  吸收度的差值  $\Delta A$  作为定量信息。这样可消除基质的干扰。