

油脂中过氧化物含量测定条件的探讨

浙江医科大学药剂教研室 朱煜根 胡萍*

提要 本文通过以不同油脂为样品,改变测定过氧化物含量的条件,数据用微机处理得到回归方程,根据方程进行优化计算,结果以混合溶媒用量 10 ml、碘化钾饱和溶液 0.5 ml、暗处放置 5—10 分钟、加水 35 ml 为最佳。此条件经用不同油脂进行重复试验,结果较为满意,具有混合溶媒用量少,不需通氮气、误差小、操作方便等优点。

关键词 过氧化物 油脂

含有油脂或油脂性基质的制剂,常由于油脂中的不饱和脂肪酸发生氧化而产生过氧化物,虽然过氧化物的含量很低,但它又可作为氧化剂将制剂中的药物氧化,而影响制剂的稳定性,甚致产生刺激性等。目前已提出对注射用油中的过氧化物含量要加以控制^[1]。为此,在制备制剂前,必须测定油脂中过氧化物的含量,以便采用适当方法来保证制剂质量。文献介绍测定过氧化物含量的方法,有的较简单^[2],有的需通氮气,而且由于混合溶媒用量较大,称量操作不方便,终点不易判断,仅适用食品工业应用^[3]。根据测定原理、测定结果的正确性与所加混合溶媒用量、碘化钾饱和溶液用量,暗处放置时间及加水量关系较为密切。本文拟通过以下实验、探讨适用于测定制剂中油脂所含过氧化物含量的理想条件。

实验部分

一、仪器及试剂

1. 半微量酸式滴定管
2. 冰醋酸、氯仿(分析纯)

3. 0.001 mol/L 硫代硫酸钠标准液

4. 100 ml 碘量瓶

5. 淀粉指示液、碘化钾饱和溶液

二、测定原理

取适量油脂或含油脂的制剂,加适量氯仿、冰醋酸(1:1)混合溶媒和水、振摇提取,再加定量碘化钾饱和溶液、在暗处放置一定时间,加淀粉指示液、用 0.001 mol/L 硫代硫酸钠标准液($F = 1.179$)滴定到无色,并作空白对照。

三、实验方法

称取适量样品(视过氧化物含量而定一般为二克左右),变化以下实验条件,1. 混合溶媒用量,2. 碘化钾饱和溶液用量,3. 暗处放置时间,4. 加水量。考虑到油脂中过氧化物含量因油脂不同及贮存时间长短而有较大差异,在实际工作是无法加以控制的,因此,用单位质量油脂所耗 0.001 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液体积的变异系数为观察指标。结果见表 1

数据在 IBM-PC 机上用多项式逐步回归分析程序计算得到下列数学模型。

*为药理学系89届毕业生

本文由毛宗秀副教授协助计称、特此致谢。

表 1

序号	样品	实 验 条 件				变 异 系 数
		1 (ml)	2 (ml)	3 (分)	4 (ml)	
1	猪 油	10	0.6	15	0	0.35
2		10	0.2	5	0	0.14
3		5	0.8	5	0	0.14
4		20	0.6	5	0	0.71
5		20	0.2	10	0	0.37
6	茶 油	15	0.5	10	0	0.49
7		40	0.6	10	0	0.52
8		40	0.4	10	0	0.33
9		10	0.4	10	0	0.29
10		15	1	3	50	0.65
11	猪 油	10	1	10	20	0.057
12		10	1	10	0	0.144
13		15	1	3	50	0.064
14		10	1	10	20	0.019
15		10	1	10	0	0.21
16	花 生 油	15	0.5	3	50	0.04
17		15	1	3	50	0.14
18		10	1	10	20	0.02
19		10	1	10	0	0.12
20		15	0.5	3	50	0.073
21	茶 油	15	1	3	50	0.26
22		10	1	10	20	0.041
23		15	0.5	3	30	0.057
24		10	1	10	0	0.24
均 值		8.53	0.29	3.60	21.36	0.200

$$Y = 0.2028 - 0.00868 x_1 - 0.000473 x_1^2 + 0.002620 x_3^2 + 0.05681 x_1 x_2 - 0.07926 x_2 x_3$$

式中: x_1 、 x_2 、 x_3 、 x_4 分别为实验条件 1、2、3、4。

根据实际情况和回归方程进行优化计算得最佳条件为 $x_1=10$ 、 $x_2=0.5$ 、 $x_3=5$ —10、 $x_4=35$ 。对此条件进行重复试验、结果见表 2

数据经 F 值检验, 实验条件因素的 $F=2.5 (P>0.05)$, 无显著性差异。由表 2 见, 于暗处放置七分钟较好。再以此条件用不同

油脂作重复试验, 结果见表 3

与表 1 相比, 表 3 所列变异系数均较小。

表 2

实 验 条 件				变 异 系 数
1 (ml)	2 (ml)	3 (分)	4 (ml)	
10	0.5	5	35	0.018
10	0.5	7	35	0.0081
10	0.5	10	35	0.0362

表 3

样 品	变 异 系 数
猪 油	0.0228
茶 油	0.0125
花 生 油	0.0091
茶 油	0.0064

小 结

1. 根据实验结果, 初步确定测定油脂中过氧化物含量的最佳条件为: 冰醋酸—氯仿混合溶媒用量 10 ml、碘化钾饱和溶液用量 0.5 ml、暗处放置时间控制在 5—10 分钟、加水量 35 ml。

2. 本实验条件与文献方法相比, 具有混合溶媒用量少、不需通氧气、检测时误差小、适用范围广、称量操作方便等优点, 具有实用意义。

参 考 文 献

- [1] 奚念朱、顾学裘主编: 药剂学, 第二版, 北京, 人民卫生出版社, 1987: 182
- [2] 汤光、周士琨, 药物制剂化学, 第一版, 北京, 人民卫生出版社, 1981: 352
- [3] [日] 川村亮编, 吴家源译: 食品分析与实验法, 北京, 轻工业出版社, 1986: 43—44