

人造补血药中砷盐检查法的改进

孙 林* 何渝生 (江苏省洪泽县药品检验所, 洪泽 223100)

摘要 对人造补血药供砷盐检查的供试液, 采用了 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{—H}_2\text{O}_2$ 消化处理。实验结果, 回收率为 101.5%, $\text{CV} = 2.3\%$ ($n = 6$), 而不经酸处理直接测定时, 回收率为 41.7%, $\text{CV} = 6.2\%$ ($n = 6$)。

关键词 人造补血药 砷盐检查法 砷盐

人造补血药主要用于治疗贫血。本品的砷盐检查有碱破坏法^[1]和直接测定法^[2]。据文献报道, 本品中的铁盐、苯甲酸钠^[3]及糖类中所含的有机杂质^[4]等, 对砷的检出均有干扰, 由于直接测定法不

能有效地消除上述干扰, 导致检出结果偏低。我们采用酸破坏法, 它与碱破坏法一样, 在使用古蔡氏法测砷前, 将样品进行酸处理, 消除其干扰因素, 此法与碱破坏法相比, 省去了高温炽灼, 样品转移

* 孙 林, 男, 29岁。1989年毕业于中国药科大学(函授), 药师。

等繁复步骤,方法简便,省时,结果较准确。

1 仪器与药品

试剂及仪器,均符合中国药典1990年版附录砷盐检查法的要求。

2 方法

2.1 样品稀释 精密量取样品液25 ml,置100 ml量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得稀释液。

2.2 供试液的制备 精密量取稀释液2 ml于测砷瓶中,加几粒玻璃珠,加入硫酸5 ml,摇匀。在通风橱中缓缓加热,慢慢逐滴加入30% H_2O_2 液,并不断振摇,直至有机物被破坏完全,溶液变成淡黄绿色,提高火力加热,至浓烈白烟冒出,放冷(此时溶液应无色或几乎无色),小心加水23 ml,注意冲洗瓶壁,放冷,即得。

2.3 砷盐检查 制得的供试液按中国药典1990年版附录砷盐检查法测定。

3 实验结果

3.1 硫酸用量 取各组稀释液2 ml,分别加入一定量硫酸进行消化。当硫酸用量 <5 ml时,炭化物易聚结成团,并易产生大量泡沫而影响消化,因此,以用5 ml为宜。

3.2 回收率试验 按处方^[2](加入1%亚砷酸钾溶液改为精密加入一定量的标准砷贮备液)配成标准制剂,供作砷盐检查用。回收率试验结果见表1。

3.4 样品测定 按上法测样品含砷量,与直接测定法比较,差异约为1~2.5 $\mu\text{g/ml}$,结果见表2。

4 讨论

4.1 本法为酸破坏法,消化剂为 $H_2SO_4-H_2O_2$,加入的硫酸能使样品中的有机物炭化,炭化物再与 H_2O_2 反应生成 CO_2 和 H_2O ,从而使原来可能以共价键与有机物结合的砷放出,溶液中的砷以五价砷形式出现^[3],同时铁盐以 Fe^{3+} 形式出现。过氧化氢用量约为3 ml。

表1 回收率试验结果

加入砷量 ($\mu\text{g/ml}$)	酸破坏法		直接测定法	
	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)
3.0	3.0	100	1.2	40
	3.0	100	1.2	40
4.0	4.0	100	1.8	45
	4.2	105	1.8	45
5.0	5.2	104	2.0	40
	5.0	100	2.0	40
平均回收率(%)		101.5		41.7
CV(%)		2.3		6.2

表2 样品测定结果

批号	酸破坏法 ($\mu\text{g/ml}$)	直接测定法 ($\mu\text{g/ml}$)
910904	4.5	2.0
91090802	4.0	3.0
9111143	3.5	2.0

4.2 本法中 Fe^{3+} 的干扰在加入碘化钾试液时消除,氧化还原生成的碘与氯化亚锡反应又变成 I^- 。

参考文献

- 1 四川省卫生厅.四川省药品标准.重庆:四川省卫生厅.1983.14—15.
- 2 江苏省卫生厅.江苏省药品标准(1977年版).南京:江苏科技出版社,1980.16—17.
- 3 南京药学院.药物分析.北京:人民卫生出版社,1981.13.
- 4 周浩炳,金伯梅.人造补血药中砷盐限度检查方法的比较.药学通报,1982,17(2),75—76
- 5 安登魁等.药物分析.济南:济南出版社,1992.901.