

pH 指示剂吸收度比值法测定醋酸钠平衡液中醋酸钠含量

杨以真 (浙江省台州医院, 临海 317000)

摘要 采用 pH 指示剂吸收度比值法测定醋酸钠平衡液中醋酸钠的含量, 平均回收率为 99.71%, 变异系数 0.44%, 此法简便, 快速, 准确。

关键词 pH 指示剂吸收度比值法 醋酸钠平衡液 含量测定

醋酸钠平衡液是一种广泛应用于临床的输液。其中醋酸钠含量测定, 有直接中和法^[1], 间接中和法^[2], 离子交换法, 非水滴定法^[3]等, 均不甚理想。笔者根据 pH 指示剂吸收度比值法适用于弱酸弱碱性药物分析的原理^[4,5], 拟定如下方法。

1 仪器和试剂

751 分光光度计(经校正); 醋酸钠平衡液(本院自配); 0.025% 溴酚蓝乙醇液; 盐酸标准液 (0.1 mol/L)。

2 标准系列制作——x-r 关系表的制作及回归方程的建立

按处方^[7]准确配制醋酸钠平衡液, 精密量取 25 ml 于 50 ml 容量瓶中共 14 份。设每份标准样品在等当点时消耗盐酸标准液为 V, 可计算得 V 为 11.24 ml, 若 V' 为等当点附近消耗的盐酸标准液体积,

则中和度倒数 x 可表示为 $x = \frac{V}{V'}$ 。选择 $x = 0.94$

~1.07 范围, 间隔 0.01, 则不同的 x 值可得对应的 V', 列于表 1。按表 1 准确加入相应量的盐酸标准液 V' 及 0.025% 溴酚蓝乙醇液 3 ml, 加水至刻度, 摇匀, 即得标准系列 14 份, 分别置 1 cm 玻璃比色皿中, 以水为空白, 在波长 $\lambda_1 = 450 \pm 1$ nm 和

$\lambda_2 = 590 \pm 1 \text{ cm}$ 处测得相应的吸收度 A_1 和 A_2 , 按 $r = \frac{A_1}{A_1 + A_2}$ 求得比值 r , 即得到 $r-x$ 关系表及

$r-x$ 标准曲线, 并求得直线回归方程 $r = 3.611 - 2.97x$, 相关系数为 0.9962。

表1 $x-r$ 关系表

x	0.94	0.95	0.96	0.97	0.98	0.99	1.00	1.01	1.02	1.03	1.04	1.05	1.06	1.07
v'	11.96	11.83	11.71	11.59	11.47	11.35	11.24	11.13	11.02	10.91	10.81	10.70	10.60	10.50
r	0.8017	0.7848	0.7642	0.7316	0.7111	0.6890	0.6476	0.6137	0.5875	0.5444	0.5158	0.4880	0.4604	0.4338

3 样品的测定

精密取样 25 ml 置 50 ml 容量瓶中, 精密加入盐酸标准液 (0.1 mol/L) 11.30 ml 和指示剂 3 ml, 按上法测定吸收度, 求得 r 值, 由方程 $r = 3.611 - 2.97x$ 求得相应 x 值, 按下式计算醋酸钠含量。醋

酸钠百分含量 (%) = $\frac{V_1 \cdot x \cdot T \cdot f}{S} \times 100\%$ (T 为盐酸

标准液滴定度; f 为盐酸标准液校正系数; V_1 为盐酸标准液加入 ml 数; S 为取样 ml 数)。并以橙黄 N 为指示剂, 用盐酸标准液直接滴定的中和法比较 (表 2)。

表2 样品测定结果

编 号	比值法 (标示量)	直接中和法 (标示量)
1	99.8	101.9
2	100.3	101.9
3	102.3	102.4
4	102.5	101.9

4 回收率试验

按处方取一定量分析纯醋酸钠, 精密称定, 加入相应量的其它成份, 配制成醋酸钠平衡液, 按样品测定法求得醋酸钠回收率 (表 3)。

表3 回收率试验

编 号	加入量 (g)	测得量 (g)	回收率 (%)
1	0.5936	0.5904	99.40
2	0.6063	0.6082	100.30
3	0.6249	0.6209	99.36
4	0.6395	0.6381	99.78
			$\bar{x}$ 99.71
			CV 0.44%

5 讨论

根据 $x-r$ 关系表进行直线回归所得回归方程

$r = 3.611 - 2.97x$ 经回归系数 b 显著性检验得 $F \geq F_{0.01}^{(1,12)}$, 则 $P < 0.01$, 回归系数 b 有高度显著性。因而证明方程反映了醋酸钠的吸收度比值和中和度倒数之间的关系。那末在求出 r 值后可通过方程直接求得相应的 x 值。

本法与直接中和法比较, 从表 2 中可看出中和法灵敏度较差。直接中和法由于突跃偏在酸性区域, 突跃范围小, 以橙黄 N 为指示剂, 终点由橙黄变为橙红色, 终点颜色不易掌握, 受人为因素影响很大。本法 r 值是随着溶液中中和度倒数 x 而变化的, 在等当点附近很小的 pH 变化即可引起 r 值较大的变化, 这样, 即使是终点 pH 突跃较小的中和反应, 也能通过 r 值的变化而灵敏准确地显示出来。而间接中和法, 离子交换法, 非水滴定法均操作繁琐, 费时长, 不符合制剂快检的要求。相比之下, 本法具有准确, 快速, 简便等优点, 适用于水溶液中滴定突跃不明显的测定。

参 考 文 献

- 1 浙江省卫生厅编. 浙江省医院制剂规范. 杭州, 浙江科学技术出版社, 1988. 388.
- 2 张永恒等编著. 医院制剂学. 北京, 人民卫生出版社, 1986.
- 3 杜志德. 复方醋酸钠注射液中醋酸钠的含量测定. 药学通报, 1986, 21(1):23
- 4 姜心如. pH 指示剂吸收度比值法及其在容量分析上的应用. 国外医学参考 (药学分册), 1978, (6):352
- 5 王秀兰等. pH 指示剂吸收度比值法及其在药物分析上的应用. 中国医院药学杂志, 1984, 4(1):16

收稿日期, 1993-01-20