

枸橼酸盐两种测定方法的比较

李之琳 陈双璐(天津 300074 天津市儿童医院)

目前,临床常用的枸橼酸盐制剂中枸橼酸盐的含量测定多采用离子交换法,检测费时,操作较为繁琐。有报道采用 pH 指示剂吸收度比值法测定枸橼酸盐的含量^[1],但是此方法只适用于含单一成分的制剂。笔者根据枸橼酸盐可与铜离子生成稳定络合物,且在紫外光区有特定吸收波长的原理,采用对照品比较法测定其含量,并与离子交换法进行比较,现介绍如下。

1 仪器与试剂

UV-160A 型紫外分光光度计(日本岛津);枸橼酸钠、枸橼酸钾、枸橼酸(均符合 95 年版中国药典);硫酸铜(分析纯)。

2 测定条件的选择

2.1 最大吸收波长的测定 精密称取枸橼酸钠、枸橼酸钾及硫酸铜适量,分别配制成约为 0.005 mol/L 的各溶液备用。精密量取枸橼酸钠溶液和枸橼酸钾溶液各 5 ml,分别置 100 ml 量瓶中,加硫酸铜溶液 6 ml,加水至刻度,放置 5 min。取硫酸铜溶液 6 ml,加水至 100 ml 做空白,在紫外光区进行扫描,在 200 ~ 350 nm 波长范围内有特定吸收,最大吸收峰波长为 241 nm,处方中其它成分在此波长处无干扰吸收。两种溶液的吸收峰型完全相同。

2.2 络合比的测定 配制浓度均为 0.005 mol/L 的枸橼酸钠、枸橼酸钾、硫酸铜溶液,按照 Job's 法测定^[2]。结果,在本试验条件下,枸橼酸盐与铜离子的络合比为

1:1。

2.3 稳定性试验 将被测溶液于室温自然光下放置,每间隔1h测定1次,共计4次,结果,被测溶液至少在4h内最大吸收波长和吸收值基本不变。

2.4 线性浓度范围的测定 精密量取枸橼酸钠溶液(0.005 mol/L)、枸橼酸钾溶液(0.005 mol/L)各2.0,3.0,4.0,5.0和6.0ml,分别置100ml量瓶中,各加入硫酸钠溶液(0.005 mol/L)6.0ml,按“3 测定方法”测定吸收度A,以A为纵坐标,以浓度C为横坐标进行直线回归,结果,30~97μg/ml浓度范围内C与A线性关系良好,相关系数 $r=0.9990$,符合Beer定律。

3 测定方法

取硫酸铜溶液(0.005 mol/L)6.0ml,加水至100ml做空白。取供试品溶液与对照品溶液,在(241±1)nm波长处测吸收度,按对照品比较法计算供试品的含量。

4 样品测定

4.1 枸橼酸盐合剂^[3] 供试品溶液:精密量取本品溶液5ml,置50ml量瓶中加水至刻度,精密量取稀释液5ml依法测定枸橼酸含量^[3]。另精密量取稀释液5ml,置25ml量瓶中,准确加入与枸橼酸等当量作用的氢氧化钠液(0.1 mol/L),加水至刻度,依法配制成适当浓度的供试液与对照液,按“3 测定方法”测定吸收度,将枸橼酸折算成枸橼酸钠量从计算结果中减去,即得枸橼酸盐含量。

4.2 枸橼酸钾溶液^[4]、复方枸橼酸钾溶液^[5]、枸橼酸钠溶液均可按上述方法配制成适当浓度的供试液和对照液,按“3 测定方法”测定吸收度计算含量。

5 回收实验

精密称取对照品枸橼酸钠(含 $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ 99.95%)、枸橼酸钾(含 $C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$ 99.91%)适量,制成适当浓度的对照液。按处方比例配制枸橼酸盐合剂、复方枸橼酸钾溶液、枸橼酸钾溶液、枸橼酸钠溶液,

按“4 样品测定”方法和离子交换法测定含量,计算回收率,结果见表1。

表1 回收率

编 号	制剂名称	回收率/ % ^{*1}	回收率/ % ^{*2}
1	枸橼酸钾溶液	100.4	100.7
2		99.49	100.2
3	枸橼酸盐合剂	100.7	100.6
4		100.5	100.3
5	复方枸橼酸钾溶液	99.14	99.82
6		100.3	100.8
7	枸橼酸钠溶液	99.68	100.4
8		99.72	100.6
平均回收率/ %		99.99	100.4
变异系数 CV/ %		0.56	0.32

注: *¹紫外分光光度法; *²离子交换法; t 检验 $P>0.05$

6 小 结

采用对照品比较法测定时,对照品称取量应为供试品溶液中被测成分标示量的100%±10%。测定含枸橼酸的复方制剂时,应将枸橼酸折算成枸橼酸钠,按枸橼酸钠称取对照品。对照品比较法与离子交换法相比,操作简便快捷,检测结果无显著性差异。

参考文献

1 安登魁主编.药物分析.济南:济南出版社,1992: 575.
2 安登魁主编.药物分析.济南:济南出版社,1992: 66.
3 中华人民共和国卫生部药政局编.中国医院制剂规范.北京:中国医药科技出版社,1995: 44.
4 中华人民共和国卫生部药政局编.中国医院制剂规范.北京:中国医药科技出版社,1995: 7.
5 天津市卫生局编.天津市医院制剂规范.第2版.1998: 70.
6 天津市卫生局编.天津市医院制剂规范.第2版.1998: 76.

收稿日期:1998 - 12 - 03