

CuSO₄ 比色法测定枸橼酸钾溶液的含量

方崇波¹, 龚燕波² (1. 宁波市医疗中心李惠利医院, 浙江 宁波 315040; 2. 宁波市第二医院, 浙江 宁波 315010)

摘要:目的 建立一种枸橼酸钾溶液的含量测定方法。方法 根据枸橼酸钾具有 2-羟基-1-羧酸的结构, 与 CuSO₄ 络合显蓝色, 具有紫外吸收的特点, 采用 CuSO₄ 比色法测定枸橼酸钾含量。结果 枸橼酸钾在 0.010 29 ~ 0.061 74 mg · mL⁻¹ 内, 吸收度与浓度呈良好的线性关系, $A = 0.006\ 275C(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}) - 0.016\ 0$, $r = 0.999\ 9$, 平均回收率为 99.8%, RSD 为 0.23% ($n = 6$)。结论 该方法稳定、简便易行、快速准确, 可作为该制剂的质量控制方法。

关键词: 枸橼酸钾; 络合; 硫酸铜比色法; 含量测定

中图分类号: R917.799.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)03-0227-03

Determination of potassium citrate solution by CuSO₄ colorimetry

FANG Chong-bo¹, GONG Yan-bo² (1. Ningbo Medical Central Li Hui-li Hospital, Ningbo 315040, China; 2. Ningbo No. 2 Hospital, Ningbo 315010, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of potassium citrate solution. **METHODS** Potassium citrate reacts with CuSO₄, forming a complex compound which had specific absorption wavelength in ultraviolet area, based on the 2-hydroxy-1-carboxy in skelon. The content of potassium citrate in potassium citrate solution could be determined by CuSO₄ colorimetry.

RESULTS The calibration curves was linear in the rang of 0.010 29 ~ 0.061 74 mg · mL⁻¹ for potassium citrate, $A = 0.006\ 275C(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}) - 0.016\ 0$, $r = 0.999\ 9$. The average recovery was 99.8% with RSD of 0.23% ($n = 6$). **CONCLUSION** The method is feasible, fast and accurate, and can be used for quality control of potassium citrate solution.

作者简介: 方崇波(1973 -), 男, 浙江宁波人, 硕士, 主管药师, 主要从事临床药学研究工作。联系电话: (0574)87018814, E-mail: fcbgyb@126.com。

枸橼酸钾溶液具有碱化尿液及补充钾离子的作用,临床常用于酸中毒症及低血钾症。枸橼酸钾溶液的含量测定方法有四苯硼钠法^[1]、离子交换中和法^[2],存在操作不便、繁琐费时及终点难以观察等问题。笔者根据枸橼酸钾具有 2-羟基-1-羧酸的结构,与 CuSO₄ 络合显蓝色、具有紫外吸收的特点,采用 CuSO₄ 比色法测定枸橼酸钾含量,方法简便易行、快速,准确度和精密度均符合要求,结果令人满意。

1 仪器与试剂

UC-2401PC 可见紫外分光光度计(日本 岛津公司);枸橼酸钾溶液 3 批(医院自制,041210,041229,050111);枸橼酸钾(C₆H₅K₃O₇·H₂O,药用,广东台山市新宁制药厂);枸橼酸钾对照品(宁波市药检所);硫酸铜(CuSO₄·5H₂O,分析纯,浙江兰溪市化工试剂厂)。

2 方法与结果

2.1 试液的制备

0.308mol·L⁻¹ 硫酸铜试液:称取 15.38 g CuSO₄·5H₂O,加水溶解,稀释至 200mL,摇匀即得;供试液:精密量取一定浓度的枸橼酸钾溶液适量,置 100mL 量瓶中,加 0.308 mol·L⁻¹ 硫酸铜试液 1.5mL,加水定容,摇匀后精密量取 5.0 mL,置 100mL 量瓶中,加水定容,摇匀即得;同法平行配制空白试液。

2.2 测定波长的选择

精密量取枸橼酸钾溶液 1.0mL,置 100mL 量瓶中,加水定容,摇匀后精密量取 5.0mL,置 100mL 量瓶中,加水定容,摇匀即得溶液 A;精密量取枸橼酸钾溶液 0.5,1.0mL,按供试液配制方法得到溶液 B,C;同法平行配制空白试液。经扫描后的可见紫外吸收光谱如图 1,最大吸收峰为(238±0.5) nm,故以 238nm 为测定波长。

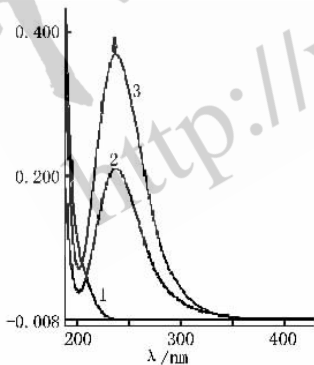


图 1 枸橼酸钾与 CuSO₄ 络合物的紫外吸收光谱图

Fig 1 UV-spectra of chelated compound

- 1. 水;2. 空白试液;3. 空白试液
- 1. H₂O; 2. blank solution; 3. blank solution

2.3 络合比的测定

配制浓度均为 0.154mmol·L⁻¹ 的枸橼酸钾溶液和硫酸铜溶液,按照 Job's^[3] 法测定,结果表明,在本实验条件下,枸橼酸钾与铜离子的络合为 1:1,与文献报道相符^[4]。所以,

本实验所用硫酸铜试液的量为 1.5mL。

2.4 标准曲线的建立

精密称取枸橼酸钾适量,用水配成浓度为 0.1029 g·mL⁻¹ 贮备液。精密量取贮备液 0.2,0.4,0.6,0.8,1.0,1.2 mL,按供试液配制方法配制标准溶液,加水稀释至刻度,摇匀。同法平行配制空白试液。以空白试液为参比,于 238nm 波长处测定吸收度。结果表明,枸橼酸钾浓度在 0.010 29 ~ 0.061 74mg·mL⁻¹ 的范围内,吸收度与浓度呈良好的线性关系,其回归方程为: A = 0.006 275C(mg·mL⁻¹) - 0.016 0, r = 0.999 9。

2.5 稳定性实验

将被测溶液于室温下放置,每隔 1h 测定一次,共测定 5 次, RSD = 0.8%。

2.6 精密度实验

精密量取同一样品,按上述测定方法进行测定,连续测定 5 次,计算样品溶液的平均浓度为 0.102 1 g·mL⁻¹, RSD = 0.25%;样品放置 24h、48h 后测定得平均浓度为 0.102 0 g·mL⁻¹, RSD = 0.57%。

2.7 加样回收实验

精密吸取已测定含量的样品溶液适量,按高、中、低水平精密加入枸橼酸钾标准贮备液,按供试液配制方法制备供试溶液,同时平行配制空白试液,以空白试液为参比,在 238nm 波长处测定吸收度 A 值,根据回归方程计算样品的量,根据测得量和加入量计算回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收率实验结果(n = 6)

Tab 1 Results of recovery tests(n = 6)						
编号	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	20.58	20.58	41.01	99.6	99.8	0.23
2	20.58	41.16	61.65	99.9		
3	20.58	82.32	102.15	99.3		
4	41.16	20.58	61.60	99.8		
5	41.16	41.16	82.01	99.6		
6	41.16	82.32	124.42	100.8		

2.8 样品含量测定结果

取不同批号的样品,依上述方法测定,每批测定 3 份,根据回归方程计算平均浓度,并计算相当于枸橼酸钾标示量的百分含量,与《中国医院制剂规范》中的规定方法比较,结果见表 2。

对两种方法测定结果进行 t 检验,结果表明, CuSO₄ 比色法与《中国医院制剂规范》的中和法无显著性差异(P > 0.05)。

表 2 样品含量测定结果(标示量%, n = 3)

Tab 2 Results of sample determination(labeled amount% , n = 3)		
样品批号	CuSO ₄ 比色法	中和法 ^[2]
041210	102.4	100.9
041229	100.6	99.5
050111	98.7	99.8

3 讨论

3.1 从紫外吸收光谱图中可以看出,枸橼酸钾本身没有吸收峰,与 CuSO_4 络合后,产生紫外吸收,最大吸收波长在 $(238 \pm 0.5) \text{nm}$ 处,可用于含量测定。

3.2 通过实验,枸橼酸钾和铜离子的络合比为 1:1,为保证络合完全,我们加入过量铜离子,本实验加入硫酸铜的量为 1.5mL,保证枸橼酸钾和铜离子的比例 $>1:1.25$ 。

3.3 该方法与《中国医院制剂规范》的方法比较无显著性差异,而且比色法简便、稳定、快速、重复性好,可用于控制本制剂的内在质量。

参考文献

- [1] 夏曙辉,费建红,刘铮,等. 枸橼酸盐合剂含量测定方法的改进[J]. 中国医院药学杂志,2001,21(5):281-282.
- [2] 中华人民共和国卫生部药政局. 中国医院制剂规范[M]. 北京:中国医药科技出版社,1996. 7-7.
- [3] 安登魁. 药物分析[M]. 济南:济南出版社,1992. 66.
- [4] 席枝侠,仵文英,桂保松. 浓缩枸橼酸钠透析液中枸橼酸钠的含量测定[J]. 中国医院药学杂志,2002,22(2):525-526.

收稿日期:2005-02-22