

· 药品分析 ·

原子吸收分光光度法测定硫酸锌糖浆含量

浙江省药检所 黄宗玉 李会林

锌是人类必需的微量元素之一,硫酸锌糖浆用于治疗儿童缺锌引起的疾病,为便于服用,制成果汁型橙黄色粘稠液体。浙江省药品标准收载该品种,用EDTA络量法测定糖浆中的硫酸锌,所需样品量大,滴定终点受色素影响,难判断。

原子吸收分光光度法是近年迅速地发展起来的新型仪器分析方法,本文用该法测定有色糖浆中硫酸锌含量,并用EDTA络量法比较测定结果,该法回收率高,结果正确,干扰少,所需样品量小。

实 验

一、仪器与试剂

1. 仪器 岛津 AA-760 型原子吸收分光光度计锌空心阴极灯

2. 试 药

锌粒 含量 99.8% 以上; 盐酸 分析

表 1

仪 器 条 件

灯 电 流	狭 缝	波 长	火 焰	燃 气 流 速	空 气 流 速	灯 高
4 mA	0.5 nm	213.9 nm	空气-乙炔	2.4 l/min	8 l/min	6 mm

本文用两种方法配制模拟样品溶液考察锌的回收率。

1. 按处方比例用标准锌液和基础原液配制成模拟样品溶液。

2. 按处方比例精密称取主药硫酸锌及其辅料加水适量配制成糖浆。

以上两种模拟样品液,适当稀释,按与制备标准曲线相同的方法,仪器条件测定锌

纯;硫酸锌 上海化学试剂二厂(可供口服);色素、香精、防腐剂和调味剂均由民生制药提供,符合食用标准。

3. 硫酸锌糖浆 批号 861101、861102、861103 杭州民生药厂

二、标准曲线的制备和线性范围的确定

1. 浓锌标准液 精密称取锌粒 1.000 g,置 1000 ml 量瓶中,加盐酸 30 ml 溶解,冷却后,加水稀释至刻度,摇匀,即得每 1 ml 相当于 1.0 mg 锌。

2. 基础原液 按处方配比称取除硫酸锌外的其它辅料,加水制成备用。

3. 锌标准液 精密吸取浓锌标准液适量,基础原液适量,用水准确稀释成 0.3 0.5 1.0 1.5 $\mu\text{g/ml}$ 系列标液。

按表 1 所列测定条件,调试仪器,制备标准曲线,如图 1。

三、回 收 率

的含量,结果如表 2。表 3 列出原子吸收光度法与 EDTA 络量法测定的结果,比较分析结果,EDTA 法测定结果偏高,达 102.4% ± 0.3 ,原子吸收分光光度法达 100.5% ± 1.73 ,较接近实际值。

四、样品的测定

精密吸取样品适量,稀释 500 倍,按制备标准曲线的仪器条件和方法测定,并与

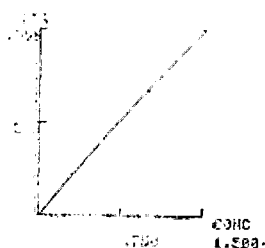


图1 锌的标准曲线线性方程

$$C = 2.786A - 0.05936 \quad \text{相关系数 } r = 0.99996$$

线性范围(0.3—1.5 $\mu\text{g/ml}$)

EDTA络量法测定结果比较, 如表4。

五、讨论

测定药物中的锌, 经典法用EDTA络合滴定由于硫酸锌糖浆中的锌含量低(含硫

表3 模拟样品中的硫酸锌回收率

次 数	加 入 量 ($\mu\text{g/ml}$)	测 得 量 ($\mu\text{g/ml}$)	回 收 率 (%)
1	0.5	0.504	100.8
2	0.5	0.503	100.6
3	0.5	0.497	99.4
4	0.5	0.496	99.2
5	0.5	0.493	98.6
6	1.0	0.997	99.7
7	1.0	0.999	99.9
8	1.0	0.999	99.9
9	1.0	1.001	100.1
10	1.0	1.012	101.2
平均值(%) $\pm$ SD			99.94 $\pm$ 0.78
CV (%)			0.78

次 数	加 入 量 mg/100ml	AA法测得值 mg/100ml	回 收 率 (%)	EDTA法测得值 mg/100ml	回 收 率 (%)
1	186.1	183.7	98.71	190.2	102.2
2	186.1	187.9	101.0	191.0	102.6
3	186.1	192.3	103.3		
4	186.1	191.0	102.6		
5	197.0	198.5	100.8	201.0	102.0
6	197.0	195.2	99.09	202.2	102.6
7	197.0	194.5	98.74		
8	197.0	197.2	100.1		
平均值(%) $\pm$ SD			100.5 $\pm$ 1.73	102.4 $\pm$ 0.3	
CV (%)			1.62	0.26	

表4 三批实样测定结果

批 号	861101	861102	861103
AA法*	102.6	101.5	101.2
EDTA法 Δ	106.3	106.5	107.0

* 三次测定平均值

Δ 二次测定平均值

酸锌0.2%)如用EDTA(0.05mol/L)作滴定液, 作一份需取多达100ml样品, 用络里T作指示剂, 由于受到糖浆中的色素干扰, 需加入60mg左右的铬黑T指示终点, 使滴定结果偏高2%以上。采用原子吸收分光光度

法, 取样量几毫升足够了, 专属性强, 其它金属元素不干扰, 糖浆中的辅料基本上不干扰, 如标准锌液中不加基础原液作标准曲线, 来作回收率实验, 结果不会偏高。用原子吸收分光光度法测定硫酸锌糖浆中的硫酸锌含量, 方法简单, 测定迅速, 结果正确。

参 考 文 献

- [1] 邓勃等编著: 原子吸收分光光度法 第一版 清华大学出版社 P209—246
- [2] 岛津制作所: 原子吸收/火焰分光光度计AA/870型测定手册(1)
- [3] 浙江省药品标准1987年上半年