

## · 药物分析与鉴定 ·

## 紫外分光光度法测定注射液中乳酸钠含量

空军兰州医院药械科 周嘉秀 汪亚云\* 朱旭江\*

临床常用含乳酸钠的注射液有四种,即11.2%乳酸钠注射液, I、II、III号复方乳酸钠注射液(以下简称I、II、III号液)。中国药典1985年版<sup>(1)</sup>和美国药典XIX版<sup>(2)</sup>都规定,前者用非水滴定法(以下简称1法)测定乳酸钠的含量;对I、II、III号液,有关文献<sup>(3)</sup>则介绍前两种用离子交换法(以下简称2法),对III号液采用炭化后中和滴定法(以下简称3法)测定乳酸钠的含量。上述方法有的要使用有机溶剂,对人有一定刺激性;有的操作十分繁琐,容易造成样品丢失;测定耗时亦较长,对急待分装的中间产品很不适用。因此本文试用紫外分光光度法测定上述四种注射液中乳酸钠的含量,操作简便迅速。

## 一、仪器与试剂

可见紫外分光光度计。

①751型(中国上海分析仪器厂)。

②UV-300型(日本岛津)。

11.2%乳酸钠注射液 北京第三制药厂(800616)。

四种含乳酸钠注射液的组方(表1)。

表1 四种含乳酸钠注射液的组方<sup>(3)</sup>

成份	单位	乳酸钠注射液	复方乳酸钠注射液		
			I	II	III
乳酸钠	g	112	6.22	5.82	3.10
氯化钠	g		5.70	4.00	6.00
氯化钾	g			2.70	0.30
氯化钙	g				0.02
注射用水	ml	1000	1000	1000	1000

## 二、实验与结果

1. 乳酸钠吸收光谱及吸收波长的选择  
精密量取11.2%乳酸钠注射液1ml 2份,分置于2个200ml量瓶中,分别加0.1M盐酸和蒸馏水至刻度,摇匀。以各自的稀释剂为空白,用UV-300型分光光度计在190~400nm间扫描。可见乳酸钠的0.1M盐酸液在210nm处、其水液在192nm处有最大吸收。由于在210nm处751型分光光度计的吸收值也相当稳定,故选用此处为测定波长。

## 2. 工作曲线的制备

精密量取(事先用1法测定含量的)11.2%乳酸钠注射液1ml 2份。分置于2个100ml量瓶中,各加上述两种稀释剂至刻度,摇匀即为贮备液。精密量取贮备液2、3、4、5、6、7、8ml,分置于10ml量瓶中,再用各自的稀释剂加至刻度摇匀,即成为0.224, 0.336, 0.448, 0.560, 0.672, 0.784, 0.896mg/ml,两个系列的标准溶液。在两个分光光度计上于所选波长处测定其吸收度。以浓度(c)为横座标,吸收度(A)为纵座标绘制工作曲线。

结果表明浓度在0.224~0.896mg/ml之间与吸收度有线性关系:

(1) 在751型分光光度计上测得

①水为稀释剂时

$$A = 0.8753C + 0.0101$$

$$\gamma = 0.9998 (n = 5)$$

②0.1M盐酸为稀释剂时

$$A = 0.6291C + 0.0022$$

$$\gamma = 0.9995 (n = 5)$$

(2) 在UV-300型分光光度计上测得

(n = 5)

①水为稀释剂时

$$A = 0.7446C + 0.0526$$

$$\gamma = 0.9999 \quad (n = 5)$$

②0.1M盐酸为稀释剂时

$$A = 0.5717C - 0.013 \quad \gamma = 0.9997$$

## 3. 回收率试验

精密量取水做稀释剂的贮备液加水稀释后按“工作曲线制备”项下测定, 计算回收率, 结果见表2。

表2 回收率试验结果\*

加样量 (mg/ml)	回收量 (mg/ml)	回收率 (%)	平均值±SD (%)	CV (%)
0.2034	0.2045	100.54		
0.1756	0.1767	100.63		
0.1566	0.1566	100.00	100.63	
0.1561	0.1582	101.34	±0.55	

\*所列数据为五次试验的均值

## 4. 吸收度重复性试验

精密量取水稀释的贮备液2ml 5份, 各加水2.65ml, 按上法测定吸收度, 结果见表3。

表3 吸收度重复性试验结果

样品	1	2	3	4	5	平均值
吸收度A	0.445	0.445	0.450	0.450	0.450	0.447

SD: 0.0045, CV%: 1

## 5. 稳定性试验

用上述两种稀释剂制备的检测液, 测定在25小时内吸收度的变化, 试验表明用盐酸作稀释剂时吸收值稍有下降趋势, 而用水作稀释剂时样品的吸收值却相当稳定(表4)。

## 6. 样品的测定

(1) 样品的稀释: 用上述两种稀释剂分别将乳酸钠注射液及I、II、III号液, 依次稀释250、10、10、5倍, 即为待测液。

(2) 空白液的制备与稀释: 按表1所列组方成份, 模拟注射液配制法, 分别制成不含乳酸钠的I、II、III号空白液, 然后按样品稀释项用两种稀释剂将各空白液作相应稀释, 即为空白稀释液。

表4 稳定性试验结果

时间 (hr)	稀释剂	
	0.1M HCl	H <sub>2</sub> O
0	0.360	0.505
1	0.360	0.505
2	0.344	0.505
3.5	0.343	0.508
25	0.339	0.505
$\bar{X}$	0.349	0.506
SD × 100	1.003	0.134
CV%	2.874	0.265

(3) 样品的测定: 取上述待测液及空白稀释液, 按上法测定吸收值, 并分别与1、2、3法进行比较, 结果见表5。

## 7. 其它成份的干扰试验

取I、II、III号空白稀释液以水为空白, 测定吸收度A。两种稀释液的吸收值均很微小, 而盐酸稀释液却较蒸馏水稀释液为高(表6)。

## 三. 讨论与小结

1. 实验证明, 分别用0.1M盐酸和蒸

表5

四种方法测定结果\*

品名	批号	相当标示量 (%)			
		本法	1	2	3 (法)
乳酸钠注射液	800616	98.48	100.11	98.36	—
I号液	840830	96.08	97.57	—	97.74
II号液	870311	99.35	101.70	—	99.57
III号液	870330	98.06	98.39	—	—

\*表中所列数据为五次平行试验结果的均值。(1)以蒸馏水作稀释剂;(2)以盐酸作稀释剂。

表6 干扰试验结果

稀释剂	空白稀释液		
	I	II	III
0.1M盐酸	0.01	0.01	0.026
蒸馏水	0.007	0.007	0.012

蒸馏水稀释的标准溶液,在两个分光光度计的210nm处,测定吸收值都有良好的线性关系,因此本文认为测定可在751型分光光度计上进行,这对基层单位比较简便。

两种稀释剂相比以水作稀释剂时,样品的吸收峰不在210nm,虽然以水稀释样品于

该波长处25小时内的吸收值相当稳定(CV = 0.265%),但考虑在210nm处峰斜度较大,波长稍有变动就会影响测定结果,故认为用0.1M盐酸作稀释剂较为合适。

3. 本法线性范围0.224~0.896mg/ml,平均回收率100.63%,CV为0.55%,工作曲线相关系数为0.9995以上。本法适用于四种注射液中乳酸钠的含量测定。

参 考 文 献

- [1] 中国药典(二部), 1985; 241
- [2] USP, X I X 1980; 732~733
- [3] 济南部队后勤部卫生部编:药局技术操作手册, 第一版, 1982; 714~721

抗 生 素 注 射 剂 中 异 物 微 粒 的 比 较

广州军区南岳制药厂中心化验室 刘能德

注射用抗生素制剂有三种类型,第一种是注射用粉剂在无菌条件下分装于无菌小玻璃瓶中,第二种是精制后制成溶液在无菌情况下滤过分装于小瓶内,并在-40℃下减压(73 mmHg)真空冷冻干燥而成,第三种是将性质稳定的抗生素直接制成灭菌的溶液安瓿。我们对三种类型分装的5种抗生素产品进行了微粒检查比较。

一、检查材料

(1) 库尔特计数器 (Coulter Coun-

ter) ZB型及附件C-1000型多道分析器(英国)。

(2) 冷冻干燥品: 羧苄青霉素: 上海某制药厂(860612)。红霉素: 湖南某制药厂(851108)。先锋霉素I: 上海某制药厂(851013)。氨苄青霉素: 上海某制药厂(851014)。长效青霉素: 上海某制药厂(861013)。

(3) 无菌大量分装品: 羧苄青霉素: 湖南某制药厂(851018) 红霉素: 湖南某制