

· 药物分析 ·

复方醋酸钠注射液中醋酸钠含量测定方法的探讨

施明德 徐碧雄 钱启辉
(安徽省立医院 合肥 230001)

摘要 本文报道了采用改良中和法代替离子交换法,测定复方醋酸钠注射液中醋酸钠的含量。本法系利用醋酸钠在乙醇、甘油混合液中用盐酸液滴定,有明显突跃的终点。结果准确、可靠,重现性、回收率均好。平均回收率为 99.99%,相对标准差为 0.16%。

关键词 复方醋酸钠;含量测定;中和法

Research on the assay of sodium acetate in composite sodium acetate injection solution

Shi Mingde, Xu Bixiong, Qian Qihui
(Anhui Provincial Hospital, Hefei 230001)

ABSTRACT The paper reported the assay of sodium acetate content in composite sodium acetate injection solution with neutralization method instead of ionexchange method. The method was applied according to sodium acetate in alcohol, glycerine composite solution titrated by hydrochloric acid solution, with had distinctly precipitate end-point, precise and reliable result and good reproducibility and recovery rate, with average recovery rate 99.99%, variation coefficient 0.16%.

KEY WORDS composite sodium acetate, content assay, neutralization method

复方醋酸钠注射液,含氯化钠、氯化钾、氯化钙·2H₂O、和醋酸钠·3H₂O。由于其电解质浓度、渗透压、pH 值与细胞外液非常接近,故又名电解质平衡液,为临床常用制剂,主要用于烧伤、腹泻等脱水而引起的酸中毒,补充电解质及维持血液酸碱平稳、血容量等作用。目前尚未有药厂正式投产,现多由各医院自行配制供临床应用。其含量测定方法,虽有文献报道^[1],目前测定醋酸钠含量多采用离子交换法^[2,3]。该法操作繁琐、费时,准确度不够理想,不宜于本制剂的快检测定。本法采用改良中和法代替离子交换法。本法系利用

醋酸钠在乙醇、甘油混合液中(1:1),用 0.1mol/L 盐酸液滴定有明显突跃,终点易观察。

一、药品与试剂

氯化钠注射用,中国江苏南通勤奋制药厂,批号:930818;氯化钾注射用,中国江苏南通勤奋制药厂,批号:930807;氯化钙·2H₂O 注射用,中国广东台山新宁制药厂,批号:930106;醋酸钠·3H₂O 注射用,中国陕西西安制药厂,批号:930306。均符合注射剂要求。乙醇(GR),中国上海化学试剂总厂,批号:9210258;甘油(AR),中国江苏徐州试剂厂,

批号:920816;盐酸(AR),中国安徽蚌埠电化试剂厂,批号:940405。

二、实验准备

1. 复方醋酸钠注射液,实验室精密配制。

2. 0.1mol/L 盐酸标准液,按中国药典90年版二部附录配制、标化。亚甲蓝指示液、甲基黄指示液、甲基橙指示液、橙黄Ⅳ指示液、溴酚蓝指示液均按中国药典90年版二部配制。

3. 处方组成 氯化钠 585mg、氯化钾 30mg、氯化钙·2H₂O 33mg、醋酸钠·3H₂O 612mg,注射用水加至 100ml。

三、实验条件的选择

1. 取样量的选择 分别精密量取样品 10ml、15ml、20ml,结果表明 15ml 为最佳取样量。

2. 指示液的选择 分别用甲基黄、甲基橙、橙黄Ⅳ、溴酚蓝及其与亚甲蓝的混合指示液。结果表明、亚甲蓝-甲基黄混合指示液有明显突跃的终点,故选用此指示液。

3. 指示液量的选择 于取样量中加亚甲蓝指示液 2 滴,甲基黄指示液 4 滴,较亚甲蓝指示液 1 滴,甲基黄指示液 2 滴,终点观察明显。

4. 乙醇、甘油混合液量的选择 于取样量中加乙醇、甘油混合液 10ml、15ml、20ml,

滴定结果无明显差异。本实验中故选择加入亚甲蓝指示液 2 滴,甲基黄指示液 4 滴,乙醇、甘油混合液 10ml 即可,并可节省试液。

四、测定方法

1. 总氯量测定,方法与文献同^[2]。精密量取样品 5ml,应消耗 0.1mol/L 硝酸银液 5.43ml。

2. 氯化钙·2H₂O 测定,方法与文献同。精密量取样品 50ml,应消耗 0.02mol/L 乙二胺四乙酸二钠液 5.61ml。

3. 氯化钾测定,方法与文献同^[2],略。

4. 氯化钠的量可由总氯量与测得氯化钾的量及氯化钙的量各换算为氯的量最后相减,再乘以 1.6485,即得。

5. 醋酸钠含量测定,精密量取样品 15ml,加乙醇、甘油混合液 10ml,亚甲蓝指示液 2 滴,甲基黄指示液 4 滴,以 0.1mol/L 盐酸液滴定至暗紫红色。按每 1ml 0.1mol/L 盐酸液相当于 13.61mg 的 CH₃COONa·3H₂O,计算含量,应消耗 0.1mol/L 盐酸液为 6.75ml。

五、醋酸钠回收率试验

采用标准加入法,于已知含量的复方醋酸钠注射液样品中,精密加入一定量的醋酸钠,按醋酸钠含量测定方法测定含量,并计算回收率(表 1)。结果,平均回收率为 99.99%,相对标准差为 0.16%,n=3。

表 1 醋酸钠加样回收率试验结果

样品中醋酸钠含量 (mg)	加入醋酸钠量 (mg)	加入后总量 (mg)	测得醋酸钠量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
92.994	6.2056	99.1996	99.2169	100.02		
92.994	12.4112	105.4052	105.2053	99.81		
92.994	18.6186	111.6108	111.8742	100.24	99.99	0.16
92.994	24.8224	117.8164	117.7080	99.91		
92.994	31.0280	124.0220	123.9871	99.98		

六、样品测定

按醋酸钠含量测定方法测定,结果见表 2。

表 2 样品中醋酸钠含量测定结果 n=3

样品批号	标示量		差值
	本法 (%)	离子交换法 (%)	
940525	102.32	101.38	0.94
940622	99.89	101.23	-1.34
941012	101.99	99.70	3.29
950323-1	99.57	102.28	-2.71
950325-3	99.49	100.08	-0.59

七、小结

1. 本法操作简便、快速、实用、结果可靠、准确、省时、省力、条件不高, 适宜于本制剂的半成品或成品检验, 一般医院均可适用。

2. 由实验结果证明, 制剂中的其他离子对本实验测定无影响。本法较离子交换法简便, 快 8 倍之多。

3. 本实验中所用的移液管、滴定管均经校正。

参考文献

[1]尚秀珍, 朱虹, 韩东河, 等. 吸收度比值法测定复方醋酸钠注射液中醋酸钠的含量. 中国药学杂志, 1992; 27 (7): 417
 [2]中国人民解放军总后勤部卫生部编. 医疗单位制剂规范. 第一版, 北京: 人民军医出版社, 1993: 427
 [3]中华人民共和国卫生部药政局编. 中国医院制剂规范. 第一版, 天津科技翻译出版社, 1989: 222

用比色法测定甲丙氨酯片的含量

鲍廷铮 彭红 许军 刘文君
 (江西中医学院药学系 南昌 330006)

摘要 用比色法测定甲丙氨酯片的含量, 所测结果与《中国药典》(1990 年版、二部)的方法相符。本法回收率为 99.85%, RSD 为 0.54% (n=5)。本法准确、灵敏、快速、简便。

关键词 比色法; 甲丙氨酯片

Determination of the contents in meprobamate tablete by colorimetric method

Bao Tingzheng, Peng Hong, Xu Jun, Liu Wenjun

(Department of Pharmacy, Jiangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330006)

ARSTRACT A colorimetric method for the determination of meprobamate tablete, was developed. The result of meprobamate agreed with those obtained by the ChP(1990) method. The recoveries of piperine was 99.85% (n=5). The method is specific, sensitive, simple, and rapid.

KEY WORDS colorimetry, meprobamate tablete