

· 药物分析 ·

苯扎溴铵消毒液中亚硝酸钠的比色测定

陈赛贞 袁国平* 杜有功 马爱民
(浙江省台州医院 浙江台州 317000)

摘要 本文采用利凡诺为显色剂,比色测定苯扎溴铵消毒液中亚硝酸钠的含量,方法简便,结果较好。线性范围 $20\sim 45\mu\text{g/ml}$, $r=0.9999$,回收率为 99.27% ($n=5$), $RSD=0.39\%$ 。

关键词 苯扎溴铵消毒液;亚硝酸钠;比色法

Determination of content of sodium nitrite in bromogeramine solution for disinfection by colorimetric method

Chen Saizhen, Yuan Guoping, Du Yougong, Ma Aimin
(Taizhou Hospital Zhejiang 317000)

ABSTRACT The paper reported determination of content of sodium nitrite in bromogeramine solution for disinfection with colorimetric method in rivanol as developer. This method was simple and result was good. The linear range was $20\sim 45\mu\text{g/ml}$. $r=0.9999$ Average recovery was 99.27% ($n=5$), $RSD=0.39\%$

KEY WORDS bromogeramine solution for disinfection, sodium nitrite, colorimetric method

苯扎溴铵消毒液广泛用于外科器械的浸泡消毒,在《中国医院制剂规范》及《浙江省医院制剂规范》中均有收载,亚硝酸钠作为防锈剂以防手术器械的生锈。但迄今未见其含量测定方法的报道。本文根据 NO_2^- 在酸性条件下与利凡诺进行重氮化反应生成樱桃红色的重氮盐的原理^[1],以利凡诺为显色剂,比色测定亚硝酸钠的含量。

仪器与试剂

岛津 UV-265FW 光度计;722 型光栅分光光度计;所用试剂均为分析纯。

实验方法和结果

一、吸收光谱的测定

吸取含亚硝酸钠约 $30\mu\text{g/ml}$ 的溶液

2ml,加入 0.1%利凡诺溶液 0.6ml,混匀后加 0.1M 盐酸 7.4ml,混匀,于 $460\sim 580\text{nm}$ 之间扫描,在 514.5nm 处有最大吸收,而处方中其它成份及显色剂在此处均无吸收(图 1)。

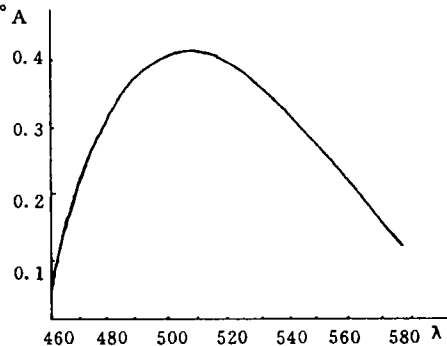


图 1 亚硝酸钠测定液吸收曲线

二、显色条件的选择

1. 显色酸度与显色时间的确定 取

* 浙江省台州市药品检验所

10ml 容量瓶 4 只,分别精密加 40 μ g/ml 的亚硝酸钠标准液 2ml,加 0.1%利凡诺 0.6ml,混匀后分别加 0.05M,0.1M,0.2M,0.5M 的盐酸溶液至刻度,以各相应浓度的盐酸溶液为空白,于 514.5nm 处每隔 10min 测定吸收度值,结果见表 1。以盐酸浓度在 0.1M 时

反应迅速,完全,吸收度值最大。这可能是酸度过小,亚硝酸钠转变成亚硝酸不完全;酸度过大,生成亚硝酸速度过快而容易逸出水面受损失。测定时间以加盐酸后 40min 为佳,70min 内稳定。

表 1 显色酸度与显色时间的选择

显色时间(min)	吸收度			
	0.05M 盐酸	0.1M 盐酸	0.2M 盐酸	0.5M 盐酸
10	0.149	0.511	0.484	0.473
20	0.281	0.523	0.513	0.503
30	0.426	0.526	0.519	0.514
40	0.511	0.526	0.520	0.516
50	0.516	0.526	0.522	0.518
60	0.520	0.526	0.523	0.521
70	0.523	0.526	0.526	0.522

2. 显色剂用量的选择 取 10ml 容量瓶 4 只,每只各精密加含亚硝酸钠约 30 μ g/ml 的溶液 2ml,再分别加 0.1%利凡诺 0.2ml,0.4ml,0.6ml,0.8ml,混匀后加 0.1M 盐酸至刻度,放置暗处 40min 后,以 0.1M 盐酸为空白,在 514.5nm 处分别测得吸收度值为 0.332,0.406,0.411,0.411,但显色剂用量在 0.8ml 时,显色 50min 后有沉淀产生,故本实验显色剂用量选择 0.6ml。

表 2 亚硝酸钠测定液吸收度与浓度的关系

C(μ g/ml)	20	25	30	35	40	45
A	0.264	0.333	0.398	0.461	0.527	0.593

三、标准曲线的制备

精密称取于 110 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的亚硝酸钠适量,用新煮沸放冷的蒸馏水配制成每毫升含亚硝酸钠 20,25,30,35,40,45 μ g 的标准液,精密吸收各标准液 2ml 于 10ml 容量瓶中,加 0.1%利凡诺溶液 0.6ml,混匀,加 0.1M 盐酸溶液至刻度,于暗处放置 40 分钟,以 0.1M 盐酸为空白,于 514.5nm 处测定吸收度,以浓度(C)对吸收度(A)进行回归,结果表明浓度在 20~45 μ g/ml 范围内符合比尔定律,线性关系良好。回归方程为 $A = 0.01309C + 0.004048$ $r = 0.9999$

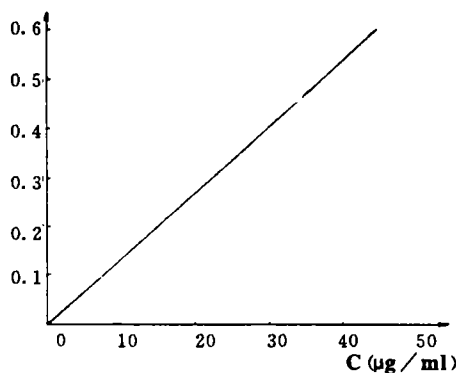


图 2 亚硝酸钠测定液标准曲线

四、回收率试验 精密称取于 110 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的亚硝酸钠按处方^[2]准确配制成苯扎溴铵消毒液,精密吸取此溶液 1ml 于 200ml 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,依上法操作测定吸收度值,经回归方程计算亚硝酸钠浓度。结果见表 3。

表 3 回收率试验

编号	加入量(μ g)	测得量(μ g)	回收率(%)
1	50.12	49.56	98.89
2	51.37	50.93	99.14
3	49.63	49.58	99.90
4	60.38	59.83	99.09
5	60.50	60.10	99.34
S=0.39		RSD=0.39%	X=99.27

讨论

苯扎溴铵消毒液易产生较难消失的泡

沫,故稀释时宜缓慢倒转容量瓶以防产生泡沫。

本实验回收率略偏低,这可能是处方中的苯扎溴铵对显色剂利凡诺有一定的吸附力,但仍能满足制剂定量分析的要求。

参考文献

- [1]罗向东,杨宗城,黎鳌,等. 简捷,灵敏的一氧化氮间接测定法. 中华创伤杂志,1994;10(4):185
[2]卫生部药政局. 中国医院制剂规范. 第二版,北京:中国医药科技出版社. 1995,21~22

醇提人参不同部位总皂甙纯度测定

孙连升 刘景东 刘良 丛月珠

(白求恩医学高等专科学校 石家庄 050081)

摘要 本文报告了醇提人参不同部位总皂甙的纯度。结果显示,从人参须和红参须中提取的人参总皂甙纯度最高,约在96%左右。

关键词 红参须;人参须;人参总皂甙;纯度测定

人参防治疾病的主要有效成分是人参皂甙,但目前使用的制剂均为粗提物,含有大量杂质。为了提高人参制剂质量及其临床疗效,我们用乙醇提取法从人参不同部位提得的人参粗总皂甙,进行了纯度比较,结果表明,提自人参须和红参须的人参总皂甙的纯度最高,约在90%左右。

一、材料和方法

(一)材料 人参为五加科植物人参(*panax ginseng* C. A. Mey)的干燥根。人参二醇标准品、人参三醇标准品、人参总皂甙标准品,均由军事医学科学院提供。

(二)方法 用光电比色法。标准曲线绘制,红参须总皂甙标准曲线绘制。

精密称取精制的红参须总皂甙约0.1g,置25ml容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,得红参须总皂甙的标准液,精密吸取此溶液10、20、30、40、50、60、70、80 μ l,分别置具塞试管中,热风挥干溶剂,精密加入新配制5%香草醛-冰醋酸液0.2ml,高氯酸0.8ml,于70 $^{\circ}$ C水浴中加热15min,取出用冷水冷却,再精密加入冰醋酸5ml,摇匀,于分光光度计波长560nm处测定吸收度,并作空白。

人参二醇,人参三醇标准曲线绘制。分别精密称取标准品人参二醇3mg,人参三醇6mg,绘制标准曲线,方法同红参须总皂甙标准曲线的绘制。

二、样品测定

精密称取各样品一定量,置10ml容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,分别吸取50 μ l,置具塞试管中,操作同红参须总皂甙标准曲线,随行试剂空白,于分光光度计波长560nm处测定吸收度,分别从红参须总皂甙,人参二醇及人参三醇标准曲线上查得对应人参总皂甙的微克数,经计算,得其百分含量。

附表 人参不同部位总皂甙含量

样品	总皂甙含量(%)		
	红参须总皂甙	人参二醇	人参三醇
白参	61.6	61.9	52.4
红参	47.4	48.3	40.0
白参须	91.4	91.6	77.9
红参须	87.5	88.2	74.5
芦头	84.5	84.4	71.3
芦头*	75.4	75.5	63.2

*为少量丙酮精制品

三、结果和讨论

结果如表所示。本文介绍经乙醇提取,再经处理的人参总皂甙的百分含量的比色测定