

ICP-OES法快速测定复方氯化钠注射液中氯化钾和氯化钙的含量^Δ

周伟明^{1*}, 李华锦², 程国华^{3#}(1.广东食品药品职业学院, 广州 510520; 2.中山市古镇人民医院, 广东中山 528421; 3.暨南大学药学院, 广州 510632)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)18-2538-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.18.30

摘要 目的:建立快速测定复方氯化钠注射液中氯化钾和氯化钙含量的方法。方法:采用电感耦合等离子体发射光谱法,样品经适当稀释后直接进样测定并换算为两种成分的含量。发射频率为1 300 W,载气流量为15 L/min,辅助气流量为0.2 L/min,雾化气流量为0.8 L/min,蠕动泵速为0.8 L/min,雾化器压力为315 kPa,观察方式为轴向观察,钾元素和钙元素分析谱线分别为766.490 nm和315.887 nm。结果:钾和钙检测质量浓度线性范围均为1.0~12.0 mg/L($r=0.999\ 7, 0.999\ 9$);精密度和重复性试验的RSD<1%;加样回收率分别为98.5%~100.5%、99.3%~102.3%,RSD分别为0.59%、0.98%($n=9$)。结论:该方法准确、快捷、简便,可用于复方氯化钠注射液的质量控制。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱法;复方氯化钠注射液;氯化钾;氯化钙;含量测定

Rapid Contents Determination of Potassium Chloride and Calcium Chloride in Compound Sodium Chloride Injection by ICP-OES

ZHOU Weiming¹, LI Huajin², CHENG Guohua³(1.Guangdong Food and Drug Vocational College, Guangzhou 510520, China; 2.Zhongshan Guzhen People's Hospital, Guangdong Zhongshan 528421, China; 3.College of Pharmacy, Ji'nan University, Guangzhou 510632, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the rapid contents determination of potassium chloride and calcium chloride in Compound sodium chloride injection. METHODS: After diluted in appropriate way, Compound sodium chloride injection was sampled directly and contents of potassium chloride and calcium chloride were determined simultaneously by ICP-OES. The powder was 1 300 W, plasma gas flow rate was 15 L/min, auxiliary cooling gas flow was 0.2 L/min, atomizer flow rate was 0.8 L/min, the peristaltic pump rate was 0.8 L/min, atomizer pressure was 315 kPa, and the observation was axial observation, analysis spectral lines of potassium and calcium were 766.490 nm and 315.887 nm. RESULTS: The linear ranges of potassium and calcium were 1.0-12.0 mg/L ($r=0.999\ 7$ and $0.999\ 9$); RSDs of precision and reproducibility tests were lower than 1%; recoveries were 98.5%-100.5% (RSD=0.59%, $n=9$) and 99.3%-102.3% (RSD=0.98%, $n=9$). CONCLUSIONS: The method is simple, rapid and simple, and can be used for the quality control of Compound sodium chloride injection.

KEYWORDS ICP-OES; Compound sodium chloride injection; Potassium chloride; Calcium chloride; Content determination

复方氯化钠注射液,又称为林格氏液,是一种医院常用的体液补充药物,是氯化钠(NaCl)、氯化钾(KCl)和氯化钙(CaCl₂·2H₂O)混合制成的灭菌水溶液。该药适用于治疗霍乱、吐泻、高热、大量出血和手术后期等引起的脱水症,并能促进汞、酚等毒性物质的排泄^[1-2]。《中国药典》2015年版(二部)复方氯化钠注射液标准中的“含量测定”项下规定需测定氯化钾和氯化钙的含量,所用方法与《中国药典》2010年版一样,分别为重量法和滴定法^[3],操作较为烦琐、费时,特别是采用重量法测定氯化钾的含量^[4-5]。近年来,不断有新的仪器分析方法应用于复方氯化钠注射液含量测定的文献,如火焰分光光度法^[6]、可见分光光度法^[7]、原子吸收光谱法^[8]和离子色谱法^[9]等。

电感耦合等离子体发射光谱(Inductively coupled plasma

optical emission spectroscopy, ICP-OES)法以其低检测限、高精密密度、较小的基体效应、较宽的线性范围和多元素同时测定的优点,已广泛应用于药品中的无机成分特别是金属元素的分析^[10-11]。为此,本试验以钾和钙的标准物质溶液为对照品,采用ICP-OES法快速测定复方氯化钠注射液中氯化钾和氯化钙的含量,通过外标法计算结果,以减少操作过程中产生的误差。

1 材料

1.1 仪器

Optima 7000DV型ICP-OES仪(美国Perkin-Elmer公司);UPHW-IV-90T型超纯水机(四川优普超纯科技有限公司)。

1.2 药品与试剂

钙标准物质溶液(批号:14072532)、钾标准物质溶液(批号:15031972)均由国家钢铁材料检测中心提供,质量浓度均为1 000 mg/L;复方氯化钠注射液(东莞市普济药业有限公司,批号:14062603 D3、14091102 D1;安徽丰原药业股份有限公司,批号:14041453;安徽双鹤药业有限责任公司,批号:141125 8T);硝酸为分析纯,水为超纯水(由广东食品药品职业

^Δ 基金项目:国家自然科学基金资助项目(No.81402430)

* 实验师,硕士。研究方向:药物质量检测。电话:020-28854900。E-mail:weiming81@126.com

通信作者:主任药师,教授,硕士生导师,博士。研究方向:临床药学和药物制剂。电话:020-85223869。E-mail:ghcheng661203@126.com

学院实验室自制,电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。所用玻璃仪器使用前均用10%硝酸浸泡过夜,并用超纯水冲洗干净。

2 方法与结果

2.1 工作参数

载气流量:15 L/min;辅助气流量:0.2 L/min;雾化气流量:0.8 L/min;发射频率:1 300 W;蠕动泵速:0.8 L/min;雾化器压力:315 kPa;观察方式:轴向观察;分析谱线:766.490 nm(钾)和315.887 nm(钙)。

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合标准溶液的制备 分别取钾和钙标准物质溶液适量,用超纯水稀释制成质量浓度分别为1.0、2.0、4.0、8.0、12.0 mg/L的混合标准溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取样品2.0 ml,置于50 ml量瓶中,用超纯水稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 空白溶液的制备 以0.034%氯化钠溶液作为空白溶液。

2.3 测定方法

取“2.2”项下空白溶液、混合标准溶液和供试品溶液各适量,依次进样测定,采用标准曲线法以各谱线发射强度分别计算样品中钙和钾的含量。

2.4 线性关系考察

取“2.2.1”项下的5个质量浓度的混合标准溶液各适量,按“2.1”项下工作参数从低浓度到高浓度分别依次进样测定,以待测元素质量浓度($x, \text{mg/L}$)为横坐标、光谱强度(y)为纵坐标进行线性回归,回归方程与线性范围见表1。

表1 回归方程与线性范围

Tab 1 Regression equations and linear ranges

待测元素	回归方程	r	线性范围,mg/L
钾	$y=2.877\ 000x-466.899$	0.999 7	1.0~12.0
钙	$y=97.847x-606.3$	0.999 9	1.0~12.0

2.5 检测限

精密量取“2.2.3”项下空白溶液适量,按“2.1”项下工作参数连续进样测定11次,以空白溶液测定值的3倍标准偏差所对应的质量浓度为各元素的检测限。结果,钾的检测限为0.000 3 mg/L,钙的检测限为0.008 mg/L。

2.6 精密度试验

制备质量浓度为6.0 mg/L的混合标准溶液适量,按“2.1”项下工作参数连续进样测定6次,记录光谱强度。结果,钾和钙光谱强度的RSD分别为0.47%和0.25% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.7 重复性试验

精密称取同一批样品(批号:14091102 D1)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.1”项下工作参数进样测定,记录光谱强度。结果,钾和钙光谱强度的RSD分别为0.63%和0.29% ($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.8 加样回收率试验

取已知含量样品(批号:14091102 D1)适量,共9份,分别加入一定量的“1.2”项下钾、钙标准物质溶液,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下工作参数进样测定并计算加样回收率,结果见表2。

2.9 样品含量测定

取3批样品各适量,分别按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下工作参数进样测定,按外标法以光谱强度计算钾和钙的含量,并换算成相应的氯化钾和氯化钙的量;另按《中国药典》2015年版(二部)复方氯化钠注射液项下方法,测

表2 加样回收率试验结果($n=9$)

Tab 2 Recoveries of recovery test($n=9$)

待测元素	样品含量,mg	加入量,mg	测得量,mg	加样回收率,%	平均加样回收率,%	RSD,%			
钾	0.304	0.200	0.502	99.6	99.7	0.59			
	0.304	0.200	0.503	99.8					
	0.304	0.200	0.502	99.6					
	0.304	0.300	0.606	100.3					
	0.304	0.300	0.607	100.5					
	0.304	0.300	0.604	100.0					
	0.304	0.600	0.890	98.5					
	0.304	0.600	0.901	99.7					
	0.304	0.600	0.902	99.8					
	钙	0.184	0.100	0.283			99.6	101.0	0.98
		0.184	0.100	0.282			99.3		
		0.184	0.100	0.285			100.4		
0.184		0.300	0.491	101.4					
0.184		0.300	0.495	102.3					
0.184		0.300	0.492	101.7					
0.184		0.400	0.592	101.4					
0.184		0.400	0.593	101.5					
0.184		0.400	0.590	101.0					

定上述3批样品中氯化钾和氯化钙的含量,结果见表3。由表3可见,本法与药典规定的方法含量测定结果基本无差异,说明采用ICP-OES法,以钾和钙标准物质溶液为对照品,通过建立回归方程测定复方氯化钠注射液中两种成分的含量是可行的。

表3 样品含量测定结果($n=3, \%$)

Tab 3 Results of content determination of samples ($n=3, \%$)

组分	批号	ICP-OES法	药典方法	药典规定
氯化钾	14062603 D3	0.029 7	0.029 8	0.028~0.032
	14041453	0.029 7	0.029 9	
	141125 8T	0.030 2	0.030 1	
氯化钙	14062603 D3	0.033 0	0.033 2	0.031~0.035
	14041453	0.033 8	0.033 5	
	141125 8T	0.033 8	0.033 6	

3 讨论

元素分析波长的选择要符合检测限低、灵敏度高、干扰小的原则。考虑到共存元素之间的相互干扰,试验中对每个被测元素选取2~3条线谱进行测定,一般选择共存元素谱线干扰少、精密度好和信噪比高的分析谱线^[12]。复方氯化钠注射液含有钠、钾和钙3种金属离子,相互间的特征谱线基本无干扰。但钾和钙在复方氯化钠注射液中含量不低,为避免出现分析强度饱和现象,考虑选用灵敏度较低的分析谱线。综合考虑分析强度、干扰情况及稳定性等因素,本试验中钾和钙所选定的分析谱线分别为766.490 nm和315.887 nm。

复方氯化钠注射液所含的盐均为盐酸盐,预试验曾用离子色谱法测定其中的阴离子,结果显示除氯离子外,没有检测出其他的阴离子^[13]。所以本试验以钾和钙标准物质溶液为对照品进行测定,通过计算钾和钙含量反推出复方氯化钠注射液中氯化钾和氯化钙的含量。

本试验采用ICP-OES法快速测定复方氯化钠注射液中氯化钾和氯化钙含量,方法简单,分析速度快、精度高,结果准确,与《中国药典》2015年版复方氯化钠注射液“含量测定”项下规定的方法测定相比,更为理想,可用于复方氯化钠注射液的质量控制,并可为今后药典标准的提高提供参考。

RP-HPLC法同时测定蒙药蓝盆花中木犀草素和芹菜素的含量^Δ

王美丽*, 田 香, 白玉霞[#](内蒙古民族大学蒙医药学院, 内蒙古 通辽 028300)

中图分类号 R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)18-2540-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.18.31

摘要 目的:建立同时测定蒙药蓝盆花中木犀草素和芹菜素含量的方法。方法:采用反相高效液相色谱法。色谱柱为Diamond C₁₈,流动相为乙腈-0.4%磷酸(34:66,V/V),流速为1.0 ml/min,检测波长为350 nm,柱温为30 ℃,进样量为10 μl。结果:木犀草素和芹菜素的检测进样量线性范围分别为66~396 ng($r=0.999\ 8$)、93~558 ng($r=0.999\ 6$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD<2%;加样回收率分别为98.15%~101.79%(RSD=1.42%, $n=6$)、98.66%~104.05%(RSD=1.81%, $n=6$)。结论:该方法操作简便,精密性、稳定性、重复性好,可用于同时测定蒙药蓝盆花中木犀草素和芹菜素的含量。

关键词 蒙药蓝盆花;木犀草素;芹菜素;反相高效液相色谱法

Simultaneous Determination of Luteolin and Apigenin in Mongolian Medicine *Scabiosa atropurea* by RP-HPLC

WANG Meili, TIAN Xiang, BAI Yuxia(Collage of Mongolian Medicine and Pharmacy, Inner Mongolia University for the Nationalities, Inner Mongolia Tongliao 028300, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for simultaneous determination of luteolin and apigenin in Mongolian medicine *Scabiosa atropurea*. METHODS: HPLC was performed on the column of Diamond C₁₈ with mobile phase of acetonitrile-0.4% phosphoric acid (34:66, V/V) at a flow rate of 1.0 ml/min, the detection wavelength was 350 nm, column temperature was 30 ℃, and the injection volume was 10 μl. RESULTS: The linear range was 66-396 ng for luteolin ($r=0.999\ 8$) and 93-558 ng for apigenin ($r=0.999\ 6$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2%; recoveries were 98.15% -101.79% (RSD=1.42%, $n=6$) and 98.66% -104.05% (RSD=1.81%, $n=6$), respectively. CONCLUSIONS: The method is simple with good precise, stability and reproducibility, and can be used for the simultaneous determination of luteolin and apigenin in Mongolian medicine *S. atropurea*.

KEYWORDS Mongolian medicine *Scabiosa atropurea*; Luteolin; Apigenin; RP-HPLC

参考文献

- [1] 姜丽,鲁金凤,裴明日.火焰原子吸收分光光度法测定复方氯化钠注射液中氯化钾含量[J].中国卫生标准管理,2014,19(5):6.
- [2] 吴美珠,刘燕.四苯硼钠沉淀剩余滴定法测定复方氯化钠注射液中氯化钾的含量[J].中国医院药学,2003,23(3):183.
- [3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:二部[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:590-591.
- [4] 夏曙辉,任海洋,李黎.复方氯化钠注射液中氯化钾含量测定方法的改进[J].华西药学杂志,2002,17(5):376.
- [5] 易涛,李成容,李琳丽,等.高精度散射光度滴定法测定复方氯化钠注射液中氯化钾的含量[J].华西药学杂志,2003,18(2):108.
- [6] 全英花,桂光云,王美玲,等.火焰光度法测定复方氯化钠注射液中氯化钾含量[J].中国药品标准,2008,9(5):357.
- [7] 李建理,钱立群,候景航,等.可见分光光度法测定复方氯化钠注射液中氯化钾含量的研究[J].宁夏医学院学报,1999,21(3):161.
- [8] 童永鑫,何宇新.原子吸收光谱法测定复方氯化钠注射液中氯化钙含量[J].西华大学学报:自然科学版,2014,33(2):93.
- [9] 宋敏,李苗.离子色谱法同时测定复方氯化钠注射液各组分的含量[J].中国药品标准,2013,14(2):110.
- [10] 陈阳,郭丹,金薇,等.ICP-AES法测定肠内营养乳剂(TPF-D)中4种元素的含量[J].药物分析杂志,2014,34(8):1435.
- [11] 陈阳,郁韵秋.电感耦合等离子体发射光谱法测定脂肪乳氨基酸(17)葡萄糖(11%)注射液中钾、钠、钙、镁的含量[J].中国药房,2012,23(25):2374.
- [12] 周伟明,王如意,陈柳生,等.ICP-OES法测定马缨丹不同部位中22种无机元素的含量[J].中药材,2014,37(9):1546.
- [13] 周伟明,陈妍,李华锦,等.离子色谱法测定复方氯化钠注射液中总氯的含量[J].黑龙江医药,2015,28(6):1179.

(收稿日期:2015-10-21 修回日期:2016-05-09)

(编辑:周 箐)

^Δ 基金项目:国家科技支撑计划项目(No.2012BAI28B01);内蒙古自治区科技计划项目(No.2010NMKJJH15)

* 硕士研究生。研究方向:蒙药及复方制剂质量标准。E-mail:1551377441@qq.com

[#] 通信作者:教授,硕士生导师,博士。研究方向:蒙药及蒙药制剂质量标准。电话:0475-8314242。E-mail:byx6088@163.com