

火焰原子吸收光度法测定复方电解质注射液中钠、钾、镁离子

宁洪鑫, 王伟, 杨颖, 靳朝东, 郭建锋

天津药物研究院, 天津 300193

摘要: 目的 建立复方电解质注射液中钠、钾、镁离子的定量测定方法。方法 采用原子分光光度法, 钠、钾离子以氯化铯为掩蔽剂, 镁离子以氧化镧为掩蔽剂, 钠、钾、镁3种离子分别于589、766.5、285.2 nm处进行测定。结果 钠、钾、镁3种离子线性关系良好。平均回收率分别为99.8%、100.7%、99.4%。结论 本方法简便、快捷、准确, 可用于复方电解质注射液中钠、钾、镁离子的定量测定。

关键词: 复方电解质注射液; 钠离子; 钾离子; 镁离子; 火焰原子吸收光度法

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1674-6376(2011)04-0267-03

Determination of sodium, potassium, and magnesium ions in multiple electrolytes injection by flame atomic absorption spectrometry

NING Hong-xin, WANG Wei, YANG Ying, JIN Chao-dong, GUO Jian-feng

Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin 300193, China

Abstract: Objective To establish a determination method for sodium, potassium, and magnesium ions in multiple electrolytes injection. **Methods** Sodium, potassium, and magnesium ions were determined at 589, 766.5, and 285.2 nm using agent caesium chloride and lanthanum oxide as masking agents by flame atomic absorption spectrometry. **Results** The linear of sodium, potassium, and magnesium were good. The average recovery rates of them were 99.8%, 100.7%, and 99.4%. **Conclusion** The method is simple, rapid, and accurate, which could meet the requirements for the determination of sodium, potassium, and magnesium ions in multiple electrolytes injection.

Key words: multiple electrolytes injection; sodium ion; potassium ion; magnesium ion; flame atomic absorption spectrometry

复方电解质注射液的组成与人体血浆十分相似, 是创伤和外科手术围术期补充细胞外液的最佳选择, 尤其适用于术中补液, 是为麻醉科及外科医师特别设计的细胞补充液。复方电解质注射液中含有多种人体必需的金属离子, 采用化学滴定法不能准确地测定出其钠、钾、镁的量, 本实验在国家药品标准(WS₁-(X-225)-2003Z)^[1]的基础上进行了改进, 采用原子吸收光度法, 以氯化铯和氧化镧为掩蔽剂, 建立了其中钠、钾、镁离子的检测方法, 该法快速、准确、重现性好。

1 仪器与材料

岛津 670 火焰分光光度计; Sartorius BP211D 电子天平。

氯化钠、氯化钾、镁离子对照品(标准物质研究中心), 复方电解质注射液(自制), 盐酸、硝酸(分析纯, 天津市登峰化学试剂厂), 氯化铯(分析

纯, 华北地区特种试剂开发中心)。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 钠离子 对照品溶液的制备: 取经 105 °C 干燥至质量不变的氯化钠对照品适量, 精密称定, 加 5% 盐酸溶液溶解并稀释成含钠离子(Na^+) 1.5 mg/mL 的溶液, 精密量取该溶液适量, 用水稀释制成含 Na^+ 15 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液, 摇匀。

铯溶液的制备: 称取氯化铯 5 g, 加 1% 硝酸溶液溶解并稀释至 100 mL, 摇匀。

供试品溶液的制备: 精密量取本品 1.0 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 3.0 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加氯化铯溶液 1.0 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。

测定方法: 分别精密量取钠离子对照品溶液 6.0、7.0 mL, 照原子吸收分光光度法, 在 589.0 nm

收稿日期: 2011-04-22

作者简介: 宁洪鑫, 助理研究员, 从事药物制剂的研究与开发。E-mail: ninghx@tjipr.com

波长处测定, 计算。

2.1.2 钾离子 对照品溶液的制备: 取经 105 °C 干燥至恒重的氯化钾对照品适量, 精密称定, 加 5% 硝酸溶液溶解并定量稀释制成含钾离子 (K^+) 1.0 mg/mL 的溶液, 精密量取该溶液适量, 用水定量稀释制成含 K^+ 50 μ g/mL 的溶液, 摇匀。

供试品溶液的制备: 精密量取本品 1.0 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加氯化铯溶液 2.0 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。

测定法: 精密量取钾离子对照品溶液 1.5、2.0、2.5 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加入氯化铯溶液 1.0 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。取上述溶液与供试品溶液, 照原子吸收分光光度法, 在 766.5 nm 波长处测定, 计算。

2.1.3 镁离子 对照品溶液的制备: 精密量取镁标准液 (Mg^{2+} 1 mg/mL) 1.0 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加水稀释成含 Mg^{2+} 20 μ g/mL 的溶液, 摇匀。

氯化铯溶液的配制: 称取氯化铯 58.6 g, 加盐酸溶液 (1→9) 900 mL 溶解, 加水稀释至 1 000 mL, 摇匀。

供试品溶液的制备: 精密量取本品 0.5 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加氯化铯溶液 2.0 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。

测定法: 精密量取镁离子对照品溶液 0.5、1.0、1.5 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加入氯化铯溶液 2.0 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。取上述各溶液与供试品溶液, 照原子吸收分光光度法, 在 285.2 nm 波长处测定, 计算。

2.2 线性关系

2.2.1 钠离子 精密量取钠标准溶液 (Na^+ 1.5 mg/mL) 1.0 mL 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (为母液)。精密量取母液 5.0、6.0、7.0、8.0、9.0 mL 分别置 50 mL 量瓶中, 加入氯化铯溶液 1 mL, 加水稀释至刻度, 摇匀, 依法测定, 在 1.5~2.7 μ g/mL 线性关系良好, 线性回归方程为 $Y=0.1243X+0.1795$ ($r=0.9995$)。

2.2.2 钾离子 精密量取钾标准溶液 (K^+ 1 mg/mL) 2.5 mL 置 50 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (作为母液)。精密量取该母液 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL 分别置 50 mL 量瓶中, 加入氯化铯溶液 1 mL, 加水稀释至刻度, 摇匀, 依法测定, 在 1.0~3.0 μ g/mL 线性关系良好, 线性回归方程为 $Y=0.1176X+0.119$ ($r=0.9997$)。

2.2.3 镁离子 精密量取 1.0 mL 镁标准溶液 (Mg^{2+} 1 mg/mL) 置 50 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (为母液)。精密量取该母液 0.25、0.5、1.0、1.5、1.75 mL 分别置 100 mL 量瓶中, 加入氯化铯溶液 2 mL, 加水稀释至刻度, 摇匀, 测定, 在 0.05~0.35 μ g/mL 线性关系良好, 线性回归方程为 $Y=1.1731X+0.0224$ ($r=0.9995$)。

2.3 回收率试验

2.3.1 钠离子 精密量取 1.0 mL 钠标准溶液 (Na^+ 1.5 mg/mL) 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (作为母液)。称取处方量其他各成分 (不含钠离子) 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取该溶液 1.0 mL 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (为辅料液)。精密量取母液 5.2、6.5、7.8 mL 各 3 份分别置 50 mL 量瓶中, 然后分别加入辅料液 3.0 mL、氯化铯溶液 1 mL, 加水稀释至刻度, 摇匀, 依法测定。测得回收率为 99.8%, RSD 为 1.53%。

2.3.2 钾离子 精密量取钾标准溶液 (K^+ 1 mg/mL) 2.5 mL 置 50 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (为母液)。称取处方量其他各成分 (不含钾离子) 于 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (为辅料液)。精确量取母液 1.6、2、2.4 mL 各 3 份分别置 50 mL 量瓶中, 然后分别加入辅料液 0.5 mL、氯化铯溶液 1 mL, 加去离子水稀释至刻度, 依法测定。测定回收率为 100.7%, RSD 为 0.33%。

2.3.3 镁离子 精密量取 1.0 mL 镁标准溶液 (Mg^{2+} 1 mg/mL) 置 50 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (为母液)。称取处方量其他各成分 (不含镁离子) 于 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度 (为辅料液)。精确量取母液 0.7、0.9、1.1 mL 各 3 份分别置 100 mL 量瓶中, 然后分别加入辅料液 0.5 mL、氯化铯溶液 2 mL, 加水稀释至刻度, 依法测定。测定回收率为 99.4%, RSD 为 0.40%。

2.4 辅料干扰试验

分别将钠、钾、镁离子空白溶液, 按照供试品溶液方法进行配制并依法测定, 结果表明, 空白辅料溶液对测定无干扰。

2.5 重现性试验

按照钠、钾、镁离子测定方法, 分别制备样品 6 份, 依法测定, 结果 RSD 分别为 0.26%、0.31%、0.24%。

2.6 稳定性试验

将钠、钾、镁离子供试品溶液分别于 0、4 h 进

行测定,测定结果表明溶液放置4 h稳定性良好。

2.7 样品测定

照“2.2”项下3种离子的测定方法,对3批自制样品进行测定,结果见表1。

表1 3批样品测定结果

Table 1 Results of three batches of samples

批号	测定量与标示量之比/%		
	Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺
08011801	101.0	100.0	100.0
08011802	101.2	100.1	99.5
08011803	100.9	100.2	99.7

经对3批样品的检测,说明本实验建立的钾、钠、镁的检测方法简便、快速、准确、重现性好,适用于本品中钾、钠、镁离子的检测。

3 讨论

国家药品标准中钾离子和钠离子采用硝酸锂溶液做掩蔽剂,试验中发现,当供试品溶液中加入硝酸锂溶液后溶液变浑浊,影响测定。Na、K为第一组碱金属元素,在高温时很容易离子化,加入铯盐(CsCl)能有效的控制Na、K的离子化^[2],当供试品溶液中加入氯化铯溶液作为掩蔽剂后,溶液澄清,经方法学考察,钠、钾测定中掩蔽剂选用氯化铯,测定结果较好。

国家药品标准中镁离子测定中所选用的溶剂为稀盐酸,经试验考察以稀盐酸为溶媒测定镁离子的量,干扰大,同时考虑到盐酸对仪器的腐蚀性,而

水几乎对镁离子测定无干扰,经方法学考察,选用水作为镁离子的测定溶媒,结果准确可靠,所以用水作为镁离子测定的溶媒。

存在的干扰及校正^[3]:火焰原子吸收光谱法中,主要的干扰有光谱干扰、物理干扰、电离干扰和化学干扰。光谱干扰分为光谱线的重叠干扰和多重吸收线的干扰,前者可通过选用次灵敏线作为分析线、预先将干扰元素分离、利用自吸收效应或塞曼效应扣除背景来消除,后者可通过减小光谱带宽(光谱通带小到足以充分挡掉不需要的多重线)、严格检查空心阴极灯等来消除。物理干扰校正时,可配制与分析试液组成相似的标准溶液,以使试液与标准溶液具有相同或相近的物理性质,或使用标准加入法。电离干扰主要发生在电离电位较低的碱金属和碱土金属元素的原子化过程中,抑制电离干扰的途径有加入消电离剂及使用低温火焰。化学干扰是一种选择性干扰效应,是火焰原子吸收光谱分析中干扰的主要来源。化学干扰是多种多样的,消除干扰的方法也因产生干扰具体情况的不同而不同。

参考文献

- [1] 复方电解质注射液《新药转正标准》40册(WS₁-(X-225)-2003Z)[S]. 2004
- [2] 应用原子吸收与原子荧光光谱分析[M]. 第2版. 北京:化学工业出版社, 2007
- [3] 邓勃. 原子吸收光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社, 2004.

郑重声明

天津中草药杂志社(出版《中草药》、Chinese Herbal Medicines (CHM, 中草药英文版)、《现代药物与临床》、《药物评价研究》4本期刊)未与任何单位或个人签署版面合作及论文代理发表协议,凡是以天津中草药杂志社及其所属期刊的名义进行的版面合作及论文代理发表等非法活动,均严重侵害了天津中草药杂志社的合法权益,天津中草药杂志社将保留对其采取法律行动的权利,特此郑重声明。

希望广大作者、读者认准天津中草药杂志社门户网站“www.中草药杂志社.中国或www.tiprpress.com”,切勿上当受骗;若发现假冒天津中草药杂志社及所属期刊的情况,请检举揭发。

电话: 022-27474913 E-mail: zcy@tiprpress.com

天津中草药杂志社