

碳酸钙咀嚼片颗粒中钙含量的测定

李惠 梁晓莉 赵欢欢

(陕西步长制药有限公司 陕西 咸阳 712000)

摘要: 目的: 碳酸钙咀嚼片具有预防和治疗钙缺乏症, 如骨质疏松、手足抽搐症、骨发育不全等等。其中钙含量作为主要的成分, 在功能主治方面起到重要的作用。方法: 使用返滴定法(剩余滴定法)原理测定其中的钙含量。结果: 准确度试验中回收率分别为: 100.28%、99.68%、99.88%、100.14%、100.15%、100.17%、99.94%、100.23%, 平均回收率为 100.1%, RSD=0.2% (n=6)。重复性考察结果为: 29.40%、29.39%、29.47%、29.37%、29.43%、29.41%, 含量平均值为: 29.4%, RSD=0.1% (n=6)。结论: 本方法简单易操作, 稳定性良好, 可用于产品质量控制。

关键词: 碳酸钙; 返滴定法; 钙含量; 乙二胺四醋酸二钠

Determination of calcium content in calcium carbonate chewable tablets

Li Hui, Liang Xiao-li, Zhao Huan-huan

(Shaanxi Buchang Pharmaceutical Co., Ltd., Xianyang, Shaanxi 712000)

【Abstract】 Objective: Calcium carbonate chewable tablets can prevent and treat calcium deficiencies, such as osteoporosis, tetany, bone hypoplasia and so on. Among them, calcium content is the main component, which plays an important role in the function and indication. Method: Use the principle of back titration (residual titration) to determine the calcium content. Results: The recovery rates in the accuracy test were: 100.28%, 99.68%, 99.88%, 100.14%, 100.15%, 100.17%, 99.94%, 100.23%, the average recovery rate was 100.1%, RSD=0.2% (n=6). The results of repeatability inspection were: 29.4%, 29.39%, 29.47%, 29.37%, 29.43%, 29.41%, the average content was 29.4%, RSD=0.1% (n=6). Conclusion: This method is simple and easy to operate, has good stability, and can be used for product quality control.

[Keywords] calcium carbonate; back titration method; calcium content

碳酸钙咀嚼片, 适应症为用于预防和治理钙缺乏症, 如骨质疏松、手足抽搐症、骨发育不全、佝偻病以及儿童、妊娠和哺乳期妇女、绝经期妇女、老年人钙的补充。

返滴定法具有更快更有效的特点。提高检测效率, 且操作方法简单易操作, 节约检测成本。有利于产品的过程控制, 具有明显的快速、准确的特点。检测方法具有非常好的一致性, 且适用性较强。

1、材料

1.1 仪器

电子天平, PH 计

1.2 试剂试样

稀盐酸、甲基红指示剂、氨试液、氨-氯化铵缓冲液 (PH=10.0)、乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L)、铬黑 T 指示剂、锌滴定液 (0.05mol/L)

碳酸钙咀嚼片颗粒 (陕西步长制药有限公司)

2、方法与结果

2.1 供试品溶液的制备

取碳酸钙咀嚼片颗粒适量, 研细, 精密称取 0.10g, 置于 250ml 锥形瓶中, 加稀盐酸 2.5ml, 摇匀, 完全溶解后加水 25ml, 弱火加热煮沸 5 分钟, 冷却后加甲基红指示剂 1 滴, 滴加氨试液至中性, 加氨-氯化铵缓冲液 (PH=10.0) 10ml, 精密加 0.05mol/L 的乙二胺四醋酸二钠滴定液 20ml, 加少量铬黑 T 指示剂, 以 0.05mol/L 的锌滴定液滴定至溶液由蓝色变为紫色, 并将滴定的结果用空白试验校正, 即得。每 1ml 的乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L) 相当于 5.005mg 的 Ca。(制备供试品溶液两份)

3、方法验证

3.1 乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L) 加入量的考察

表 3 准确度考察结果

项目	加入量 (mg)	V _样 (ml)	V _{空白} (ml)	测定值	回收率	平均值	RSD
80%	59.35	7.61		59.52	100.28	100.11	0.2
	59.25	7.70		59.06	99.68		
	59.74	7.58		59.67	99.88		
	73.96	4.75		74.07	100.14		
100%	74.16	4.71	19.31	74.27	100.15	100.11	0.2
	73.96	4.75		74.07	100.14		
	88.87	1.81		89.02	100.17		
120%	89.07	1.81		89.02	99.94	100.11	0.2
	89.17	1.74		89.38	100.23		

按照 2.1 项下供试品溶液的制备方法, 分别加入 0.05mol/L 乙二胺四醋酸二钠滴定液 5ml、10ml、15ml、20ml、25ml 考察其最佳加入量, 显示加入量为 20ml 时最佳。结果见表 1。

表 1 乙二胺四醋酸二钠滴定液加入量考察结果

样品号	1	2	3	4	5
EDTA 加入量 (ml)	5.00	10.00	15.00	20.00	25.00
V 空白 (ml)	4.81	9.7	14.51	19.30	24.17
V 样 (ml)	/	/	/	4.00	8.83
含量 (%)	/	/	/	29.48	29.48
RSD (%)		/		0	

3.2 专属性考察

按照处方工艺制备不含碳酸钙辅料的阴性样品。两者实验结果无差异, 表明产品处方中辅料对该检测方法结果无影响, 专属性良好。结果见表 2。

表 2 专属性考察结果

样品	阴性样品		空白溶液	
	样品 1	样品 2	样品 1	样品 2
锌滴定液消耗量 (ml)	19.15	19.15	19.15	19.15
均值	19.15		19.15	

3.3 准确度考察

通过 3 种不同浓度进行回收率实验, 9 组实验结果均符合标准要求, 且平均值为 100.1%, RSD 为 0.2%, 表明该检验方法准确度良好。结果见表 3。

(上接第 115 页)

3.4 重复性考察

精密称取同一批号供试品 0.1g, 平行制备 6 份。按照 2.1 项下含量测定方法。试验结果见表 4。结果显示 6 份样品平均含量为 29.4%, RSD (%) 值为 0.1% (n=6), 该方法重复性良好。结果见表 4。

表 4 重复性考察结果

样品号	1	2	3	4	5	6
V _{空白} (ml)				19.31		
V _样 (ml)	4.21	4.19	4.42	4.10	4.50	4.45
含量 (%)	29.4	29.39	29.47	29.37	29.43	29.41
平均值				29.4		
RSD				0.1%		

3.5 中间精密度考察

两名检验员在同一实验室、不同时间, 精密称取同一批号供试品 0.1g, 分别平行 6 份, 按照 2.1 项下含量测定方法。试验结果见表 5。结果表明不同分析人员测得含量平均值为 29.45, 相对平均偏差 (%) 值为 0.2%, 该方法中间精密度良好。

表 5 中间精密度考察结果

编号	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD(%)	相对平均偏差 (%)
检验员 1	29.40	29.39	29.47	29.37	29.43	29.41	29.40	0.1	
检验员 2	29.49	29.55	29.41	29.51	29.46	29.51	29.50	0.2	0.2

4、总结

通过对碳酸钙咀嚼片中钙含量测定试验研究, 并按照 2020 版《中国药典》第四部“通则 9101”对该方法进行了验证, 结果表明, 方法专属性、准确度、重复性、中间精密度考察良好, 可作为碳酸钙咀嚼片钙含量测定方法。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编.中国药典 2020 年版四部.北京: 中国医药科技出版社, 2020:328,480 ~ 483
- [2] 国家药典委员会编.中国药典 2020 年版二部.北京: 中国医药科技出版社, 2020:1500 ~ 1501