

### 3.2 检测波长的选择

在拟定的色谱条件下,各有关物质和降解产物均可与曲匹布通主峰有效分离,主峰前有 3~4 个杂质;在氧化、碱、高温、光照条件下均产生保留时间约为组分保留时间 2 倍的共有杂质。提取供试品溶液主峰及各杂质的紫外吸收图谱,曲匹布通主峰在 235.7, 270.5, 328.5 nm 处有最大吸收,各杂质在紫外末端有较强吸收,在 271 nm 附近亦有较大吸收,故选择干扰较小且吸收较强的 271 nm 作为有关物质检测的波长。

### 3.3 供试品溶液浓度的选择

分别配制含曲匹布通浓度约为 1, 2.5, 4 mg·mL<sup>-1</sup> 的溶液,分别进样 10 μL,结果显示,浓度为 1 mg·mL<sup>-1</sup> 时仅能检出 4 个杂质,浓度增加到 2.5 mg·mL<sup>-1</sup> 和 4 mg·mL<sup>-1</sup> 后均能检出 6 个杂质。而用 4 mg·mL<sup>-1</sup> 的浓度时主峰响应过高,故确定供试品溶液的浓度为 2.5 mg·mL<sup>-1</sup>,进样量为 10 μL。

### 3.4 样品中杂质的结构推断及有关物质限度的制定

比较曲匹布通片和曲匹布通原料药的有关物质检测色谱图发现,曲匹布通片中的杂质大多与原料药中杂质一致,说明片剂中杂质基本是由原料带入。通过考察原料药中的杂质结果显示,样品溶液色谱图中主峰前的 3 个杂质和主峰后的 2 个杂质为共有杂质 2。按照出峰顺序,对 5 个杂质进行分析。采用 LC-MS 联用技术测定样品,推断杂质的结构。解析图谱后显示,曲匹布通的杂质多为化学结构苯甲酰支链上的变化,三乙氧苯结构相对稳定。结合专属性试验色谱图推断,主峰后相对保留时间约为 2 倍的杂质为降解杂质,且在酸、碱、氧化、加热、光照破坏时均能产生,

其他杂质均为合成杂质。

采用拟定的色谱条件,对 6 个企业的 21 批样品有关物质进行了考察,结果显示,单个杂质的量基本能控制在 0.2% 以内,杂质的总量基本能控制在 0.3% 以内。对曲匹布通片进行加速试验结果显示,加速后的样品杂质个数略有增加,但杂质质量未见明显变化,说明片剂较为稳定,各企业采用的内外包装均不影响药品质量。故拟定限度为杂质不得>0.2%,总杂质不得>0.4%。

### 3.5 含量测定对照品的选择

目前使用的曲匹布通对照品为供紫外方法检查溶出度用,其有关物质色谱图显示,杂质较多,其杂质量远高于湖南千金湘江药业股份有限公司提供的原料。故选择企业提供的对照品(批号:140401,纯度 99.6%)作为含量测定的对照品。

## REFERENCES

- [1] 刘传金. 探讨口服曲匹布通片对超声诊断胆总管结石的应用价值[J]. 海峡药学, 2011, 23(12): 194-195.
- [2] WU Y Y, SONG L, GONG M. To discuss the effect of oral of administration of Trepibutone tablets on detection rate of common bile duct lithiasis [J]. Chin J Ultrasound Med(中国超声医学杂志), 2008, 24(7): 635-637.
- [3] ZHANG N, NIU X H, YUE Z H. HPLC determination of the content of trepibutone tablets and its related tablets [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2008, 28(11): 1903-1905.
- [4] NIU J Z, ZHOU Z, WEI J. RP-HPLC determination of the content of trepibutone related compounds [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2005, 25(1): 61-63.
- [5] LI R. Content determination of Trepibutone tablets by HPLC [J]. China Pharm(中国药业), 2007, 16(4): 36-37.
- [6] ZHU Y F, LIU H B, YI Y. HPLC determination of content and dissolution of Trepibutone tablets [J]. China Healthcare Innovation(中国医疗前沿), 2007, 2(3): 92-93.

收稿日期: 2015-03-22

## LC-MS/MS 同时测定朱砂中掺假染料猩红 808 和玫瑰红 B 的含量

杨建龙<sup>1</sup>, 谭纹<sup>2</sup> (1.长春市食品药品检验所, 长春 130012; 2.通化市食品药品监督管理局, 吉林 通化 134001)

**摘要:** 目的 建立液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)法同时测定朱砂中的掺假染料猩红 808 和玫瑰红 B 的含量。方法 采用 Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub> (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm) 色谱柱, 流动相为乙腈-0.1% 甲酸溶液, 流速为 0.3 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温为 30 °C, 离子化方式为 ESI, 检测模式为 MRM, 选择离子对: ①猩红 808  $m/z$  368.1→275.1,  $m/z$  368.1→219.1,  $m/z$  368.1→77.1; ②玫瑰红 B  $m/z$  443.2→399.2,  $m/z$  443.2→355.0。结果 该方法猩红 808 和玫瑰红 B 的线性范围为 10~200 ng·mL<sup>-1</sup> 和 9.69~193.8 ng·mL<sup>-1</sup>; 检测限分别为 2 ng·mL<sup>-1</sup> 和 1.9 ng·mL<sup>-1</sup>; 回收率( $n=6$ )分别为 97.86% 和 97.34%,

作者简介: 杨建龙, 男, 汉, 硕士 Tel: (0431)85101320 E-mail: 875704972@qq.com

RSD 为 0.70% 和 0.73%; 精密度、稳定性和重复性的 RSD 均 <4%。结论 该方法提取简单, 测定方法定量准确, 确证性极高、灵敏度高, 适用于朱砂中红色染料猩红 808 和玫瑰红 B 的含量测定, 还可为其他红色中药的安全检测提供了借鉴依据。

关键词: LC-MS/MS; 朱砂; 猩红 808; 玫瑰红 B

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2015)08-0979-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2015.08.020

## Simultaneous Determination of Red Adulterated Dye Scarlet 808 and Rhodamine B in Cinnabar by LC-MS/MS

YANG Jianlong<sup>1</sup>, TAN Wen<sup>2</sup>(1.Changchun Municipal Food and Drug Inspection Institute, Changchun 130012, China; 2.Tonghua Food and Drug Administration, Tonghua 134001, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** Establish a method for simultaneous determination of adulteration cinnabar dye scarlet 808 and Rhodamine B By LC-MS/MS. **METHODS** Using Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub> (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm) column, mobile phase of acetonitrile-0.1% formic acid, the flow rate was 0.3 mL·min<sup>-1</sup>, column temperature was 30 °C, ethanol as an extraction solvent, Ionization mode was ESI, detection mode was MRM. Selected ion pair: ①Scarlet 808 *m/z* 368.1→275.1, *m/z* 368.1→219.1, *m/z* 368.1→77.1; ②Rhodamine B *m/z* 443.2→399.2, *m/z* 443.2→355.0. **RESULTS** The linear range of A and B was 10~200 ng·mL<sup>-1</sup> and 9.69~193.8 ng·mL<sup>-1</sup> in this method; detection limit was 2 ng·mL<sup>-1</sup> and 1.9 ng·mL<sup>-1</sup>; recoveries were 97.86% and 97.34%, RSD was 0.70% and 0.73%; precision, stability and repeatability of RSD were less than 4%. **CONCLUSION** The method of extraction is simple, determination is accurate, confirmatory high, high sensitivity, determination red dye Scarlet 808 and Rhodamine B are applicable to cinnabar, and also provide a reference basis for the safety testing of other Chinese medicine with red color.

**KEY WORDS:** LC/MS/MS; cinnabar; scarlet 808; rhodamine B

朱砂为硫化物类矿物辰砂族辰砂, 具有清心镇惊、安神解毒的功效<sup>[1]</sup>。朱砂在临床上应用很广泛, 很多中成药制剂(包括许多名方)中含有朱砂, 例如安宫牛黄丸、局方至宝散等。

文献中对朱砂的研究多集中在朱砂中 HgS 含量测定、毒性和朱砂炮制工艺。目前, 对朱砂中禁用红色染料的测定方法并不完全成熟, 国家食品药品监督管理局下发的《药品补充检验方法和检验项目批准件》(批准件编号: 2008003)中是采用 HPLC 检查, 因中药成分复杂, 单用 LC 对其质量进行评定欠准确, 有相同吸收的相似化学物质会产生假阳性干扰, 若要得到 100% 准确率还需要采用 LC-MS/MS 进行确证。因此本研究建立了 LC-MS/MS 对朱砂中的掺伪染料猩红 808 和玫瑰红 B 进行确证和定量, 该方法具有专一、灵敏、可靠、高效等特点, 可较好地满足朱砂安全检测的实际需要, 为针对打击不法分子的制假、售假行为的执法监督工作提供技术依据。

液相色谱串联质谱法(LC-MS/MS)是近年来迅速发展的检测技术, 利用液相色谱高分辨的分离能力和质谱灵敏特异的检测能力, 对样品进行定性定量分析, 是目前最强有力的检测技术之一。

该技术检测目标化合物范围广, 可用于药物和毒物筛选、确证和定量。

通过 LC-MS/MS 完全可以高效的检测中药中多种红色染料, 如对位红、苏丹红、胭脂红、诱惑红、刚果红等<sup>[2]</sup>, 可有效地应用于红色中药中非法添加的红色染料的同时测定及确证。现阶段, 一些不法分子会对朱砂、红曲、枸杞、血竭、藏红花、辣椒、红秋葵等中药材进行红色染料的掺伪, 对公众健康造成了潜在威胁和现实危害, 破坏了中医药发展的良好环境。而笔者未见国内外文献报道同时测定猩红 808 和玫瑰红 B。

### 1 材料

#### 1.1 药品、试剂与仪器

猩红 808 对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 111940-201201, 纯度: 99.9%); 玫瑰红 B 对照品(Dr.Ehrenstorfer GmbH, 批号: 10201, 纯度: 95.0%); 乙腈、乙醇和甲酸为色谱纯, 其他试剂均为分析纯; 实验用水为超纯水, 微孔滤膜, 有机系。

Agilent1260HPLC-6430MS/MS 三重四级杆液质联用仪(美国 Agilent 公司); GR202 电子分析天平; POWER I 纯水仪(北京普析通用仪器有限公司)。

## 1.2 溶液的配制

标准溶液的配制：准确称取猩红 808 对照品适量，用乙醇配制成浓度为  $100 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  的对照品储备液，根据需要用乙醇将对照品储备液稀释成标准工作溶液，猩红 808 浓度分别为 10.0, 40.0, 60.0, 80.0, 100.0, 120, 160, 200  $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，玫瑰红 B 的浓度分别为 9.7, 38.8, 58.1, 77.5, 96.9, 116.3, 155.0, 193.8  $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，置于  $0\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$  避光保存。

## 2 方法和结果

### 2.1 色谱与质谱方法

**2.1.1 色谱条件** 色谱柱为 Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub>(2.1 mm $\times$ 50 mm, 1.8  $\mu\text{m}$ )，流动相为乙腈-0.1%甲酸溶液(80:20)，流速为  $0.3 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ，柱温为  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，进样体积为  $5 \mu\text{L}$ 。

**2.1.2 质谱条件** 电喷雾离子源(ESI)，进行正离子扫描，检测方式为正离子多离子反应监测(MRM)，毛细管电压为 4 000 V，离子喷雾电压为 25 psi，干燥气温度为  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，干燥器流速为  $8 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ，碰撞气为高纯氮气。①猩红 808  $m/z$  368.1 $\rightarrow m/z$  275.1、219.1、77.1，Dell time 均为 0.2 s，裂解电压：100 V，碰撞能：25 eV；②玫瑰红 B  $m/z$  443.2 $\rightarrow m/z$  399.2、355.0，Dell time 均为 0.2 s，裂解电压：160 V，碰撞能：55 eV。

### 2.2 样品处理

取本品研细，称取粉末 0.2 g，加色谱乙醇 10 mL，超声处理 20 min，滤过，取滤液过  $0.22 \mu\text{m}$  滤膜作为供试品溶液，进样量  $5 \mu\text{L}$ ，进行 LC-MS/MS 分析。

### 2.3 特异性试验

在选定的检测条件下，猩红 808 生成的基峰离子为其离子  $M^+$ ，进行 Scan 扫描分析。同法对玫瑰红 B 进行 CAN 扫描，根据猩红 808 和玫瑰红 B 的分子量和离子化方式选定  $m/z$  368.1 作为猩红 808 的母离子， $m/z$  443.2 作为玫瑰红 B 的母离子，通过给特定的裂解电压和碰撞能，进行子离子扫描。

通过分析，最终选定  $m/z$  368.1/279.1 作为猩红 808 的定量离子对， $m/z$  368.1/219.1 和  $m/z$  368.1/77.1 作为猩红 808 的定性离子对； $m/z$  443.2/399.2 作为玫瑰红 B 的定量离子对， $m/z$  443.2/355.0 作为玫瑰红 B 的定性离子对，2 种染料分子的定量和定性离子色谱图见图 1。

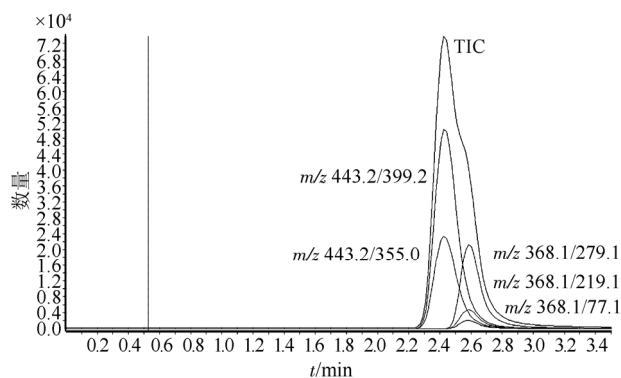


图 1 2 种染料分子的定量和定性离子色谱图

Fig. 1 Two dyes quantitative and qualitative molecular ion chromatogram

### 2.4 标准曲线和检出限

精密吸取混合对照品溶液，加入乙醇配制系列标准溶液，猩红 808 浓度为 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120, 160, 200  $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，玫瑰红 B 浓度为 9.7, 38.8, 58.1, 77.5, 96.9, 116.3, 155.0, 193.8  $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，按“2.1”项下分析条件测定，以测得的待测物峰面积  $Y$  对对照品浓度  $X$  作线性回归，取低浓度继续稀释进行测定，直至  $S/N=3$ ，此时的浓度为检出限，猩红 808 线性方程为  $Y=982.1x+13\ 302$ ， $r=0.997$ ，线性范围为  $10\sim 200 \text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，检出限为  $2.0 \text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ；玫瑰红 B 线性方程为  $Y=2628.6x+10\ 397.4$ ， $r=0.999$ ，线性范围为  $9.69\sim 193.8 \text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，检出限为  $1.9 \text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

### 2.5 精密度试验

精密吸取混合对照品溶液(猩红 808 为  $200 \text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，玫瑰红 B 为  $193.8 \text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ )，按“2.1”项下分析条件测定，计算 2 种红色染料的 RSD 分别为 3.89%、3.51%。

### 2.6 稳定性试验

精密吸取 2 种红色染料混合对照品溶液，在室温下分别放置 0, 1, 2, 4, 24 h 时，按“2.1”项下分析条件测定，计算 2 种红色染料浓度的 RSD，猩红 808 和玫瑰红 B 的 RSD 分别为 4.10% 和 3.75%，结果表明对照品溶液在 24 h 内基本稳定。

### 2.7 回收率试验

精密吸取 2 种红色染料混合对照品溶液，加入不含染料的朱砂样品中，按“2.2”项下的提取方法处理后，按“2.1”项下的分析条件测定，计算回收率，结果见表 1。

表 1 回收率试验结果(n=6)

Tab. 1 Results of recovery test(n=6)

染料	加入量/ng	测得量/ng	回收率/%	RSD/%
猩红 808	500	489.3	97.86	0.70
	500	490.8		
	500	486.8		
	500	495.3		
	500	487.2		
	500	486.3		
玫瑰红 B	484.5	471.9	97.34	0.73
	484.5	468.6		
	484.5	475.4		
	484.5	467.9		
	484.5	469.9		
	484.5	475.9		

### 2.8 重复性试验

精密吸取混合对照品溶液，加入不含染料的朱砂样品中，粉碎研细，按“2.2”项下的提取方法处理后，按“2.1”项下的分析条件测定，猩红 808 和玫瑰红 B 的 RSD 分别为 0.65% 和 0.95%，均 < 1.0 (n=6)，结果显示，重复性良好。

### 3 讨论

在分析方法的探索阶段，HPLC 和 HPLC-MS/MS<sup>[3-4]</sup>相比，LC-MS/MS 的灵敏度高、专属性强，效率高，速度快。

经查阅相关文献，确定猩红 808 和玫瑰红 B 在乙醇中都易溶解，因此选择“绿色溶剂”乙醇作为提取溶剂，该操作方法简便快捷。

考察了流动相乙腈-0.1%甲酸水的 3 种比例：90：10、80：20、70：30，90：10 出峰最快，但是峰形不佳，80：20 较 70：30 出峰较快，参考《药品补充检验方法和检验项目批准件》的要求，最终选择乙腈-0.1%甲酸水(80：20)作为流动相。

通过质谱条件的优化最终确定猩红 808 和玫瑰红 B 的最优裂解电压为 100 V 和 160 V，最优碰撞能为 25 eV 和 55 eV

本研究建立的朱砂中红色染料猩红 808 和玫瑰红 B 的 LC-MS/MS 检测方法，与普通的 LC 方法比较，灵敏度提高较多，同样为 200 ng·mL<sup>-1</sup> 的浓度，LC-MS/MS 的响应值是 UV 检测器的几百倍(灵敏度高)；LC-MS/MS 采用 MRM 模式(图 2B)，同时检测的 2 种染料并不会互相干扰，而在 UV 图(图 2A)中明显有干扰迹象，同时可以采用定性离子对检出目标物进一步定性，从而达到确证的目的(专属性强)；MRM 模式可以同时测定多个甚至十几个目标化合物(效率高)；本法前处理简单快捷，采用的色谱柱和色谱方法可使目标物在 5 min 中内均出峰，分析时间较短(速度快)。

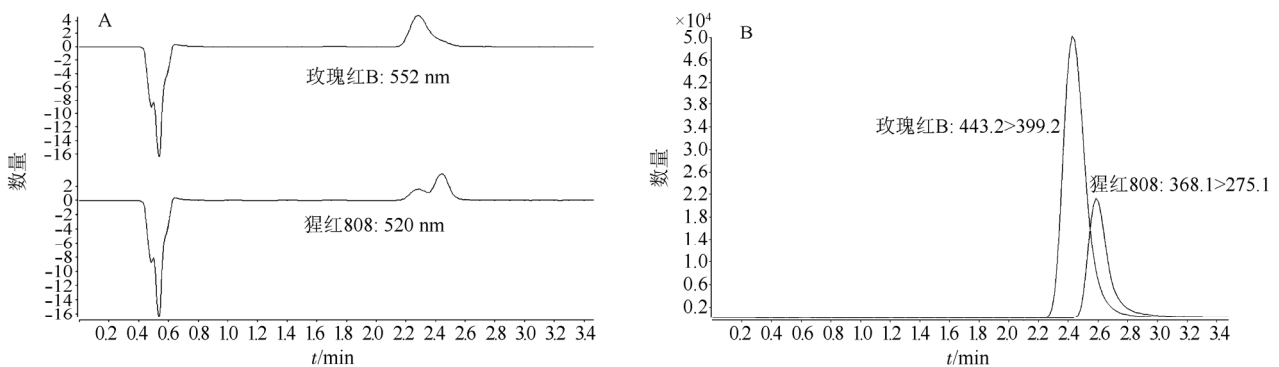


图 2 2 种染料的 HPLC 图与定量离子 MS 图比较

A-HPLC 图；B-定量离子 MS 图。

Tab. 2 HPLC chromatograms and quantitative ion MS chromatogram of two dyes

A-HPLC chromatograms; B-quantitative ion MS chromatogram.

综上所述，本法可为中药安全检查提供可靠、方便、快捷的检测手段，完全可以满足监督管理部门对染红朱砂的快速灵敏检测的需要，为后续研究其他中药(血竭等)中违禁染料及其类似物的检测提供了基础，同时为确保人民的用药安全提供必要的技术支持，有利于促进中医药产业的和

谐发展。

### REFERENCES

- [1] 蒋晓平, 王纯玉. 几种中药的特殊用法[J]. 中国中医药杂志, 2008, 5(11): 91-92.
- [2] FAN W R, WU Q, LAO Y, et al. Determination of seven inedible pigments in food using high performance liquid

chromatography [J]. Chin J Anal Chem(分析化学), 2012, 40(2): 292-297.

[3] LI Y, JIANG J D. LC-MS/MS rapid determination of berberine in plasma [J]. Chemistry(化学通报), 2010, 77(8):

757-760.

[4] 盛美萍, 孙淇, 王宏. 盐酸小檗碱在Beagle狗静脉注射和口服动力学研究[J]. 中国药理学通报, 1993, 9(1): 64-67.

收稿日期: 2015-02-07

## 四苯硼钠滴定液浓度测量的不确定度评定

黎雪清<sup>1,2</sup>, 张力扬<sup>1,2</sup>, 殷果<sup>1,2</sup>, 杨敏<sup>1,2</sup>, 郑党儿<sup>3</sup>(1.深圳市药品检验所, 深圳 518057; 2.深圳药品质量标准研究重点实验室, 深圳 518057; 3.广州铁路集团公司中心计量所, 广州 510080)

**摘要:**目的 对按中国药典2010年版第一增补本方法配制和标定的四苯硼钠滴定液( $0.02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ )浓度进行不确定度评定。方法 通过对不确定度来源分析, 建立测量模型, 对标定过程中各不确定度的分量进行分析评估。结果 通过计算各变量的不确定度分量, 得到本次标定浓度的相对标准不确定度为  $4.46 \times 10^{-3}$ , 合成标准不确定度为  $8.9 \times 10^{-5} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , 扩展不确定度  $U=0.00018 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $k=2$ 。结论 建立了四苯硼钠滴定液浓度的测量不确定度评定方法, 通过分析评估各分量不确定度的大小而明确测量不确定度的主要因素, 优化实验条件使测定结果更加可靠准确。

**关键词:** 四苯硼钠滴定液; 不确定度; 评定

中图分类号: R927.11

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2015)08-0983-04

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2015.08.021

### Evaluation of Uncertainty for Concentration Calibration of $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{BNa}$ Titration Solution

LI Xueqing<sup>1,2</sup>, ZHANG Liyang<sup>1,2</sup>, YIN Guo<sup>1,2</sup>, YANG Min<sup>1,2</sup>, ZHENG Dang'er<sup>3</sup>(1.Shenzhen Institute for Drug Control, Shenzhen 518057, China; 2.Shenzhen Key Laboratory of Drug Quality Standard Research, Shenzhen 518057, China; 3.Guangzhou Railway Group Company Center Measurement, Guangzhou 510080, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To evaluate for the uncertainty of the concentration of  $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{BNa}$  ( $0.02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ) titration solution prepared and calibrated according to the method in the Chinese Pharmacopoeia first addition of the 2010 edition. **METHODS** According to the sources of uncertainty analysis, the measurement model was established and the various influencing factors in the calibration process was evaluated. **RESULTS** By calculating each fraction of uncertainty in various variable parameters, the relative standard uncertainty was  $4.46 \times 10^{-3}$ , the combined uncertainty was  $8.9 \times 10^{-5}$ , and the expanded uncertainty was  $0.00018 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $k=2$ . **CONCLUSION** The method of the uncertainty evaluation for calibrating the concentration of  $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{BNa}$  titration solution is established. The more reliable results of the measurement could be obtained when the measure was optimized by magnitude analysis all uncertainty.

**KEY WORDS:**  $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{BNa}$  titration solution; uncertainty; evaluate

测量不确定度简称不确定度, 表征合理地赋予被测量值的分散性, 是与测量结果相联系的参数<sup>[1-3]</sup>。本研究按中国药典2010年版第一增补本方法配制和标定四苯硼钠滴定液( $0.02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ )<sup>[4]</sup>。参考《中国药品检验标准操作规范》<sup>[5]</sup>滴定液的四苯硼钠滴定液( $0.02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ )8.3.5“标定中, 3份平行试验结果的相对平均偏差不得大于0.2%”的要求明显低于一般规定“5.7”中0.1%的要求。为预估该不同要求, 本研究对该滴定液进行测量不确定度评定, 依据分析结果, 采取合理措施, 提高四苯硼钠滴

定液浓度数据的可信度。

#### 1 主要仪器、试剂及实验环境

滴定管(25 mL, A级); 单标线吸量管(10 mL, A级); 羟铵盐滴定液( $0.01036 \pm 0.00008$ )  $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $k=2$ ; 实验环境温度:  $22.6 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

#### 2 方法与结果

##### 2.1 测量方法

精密量取本液10 mL, 加醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 3.7)10 mL与溴酚蓝指示液0.5 mL, 用羟铵盐滴定液( $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ )滴定至蓝色, 并将滴定的结果

作者简介: 黎雪清, 女, 硕士, 主管药师 Tel: (0755)26031762

E-mail: lixueqing-1987@163.com