表 1　微晶纤维素的含量测定数据

微晶纤维素取样量(g)	硫酸亚铁铵滴定液(ml)	微晶纤维素的含量(%)	微晶纤维素的平均含量(%)	RSD(%)
0.126 2	7.126	98.51	98.40	0.22
0.128 8	6.806	98.29		

2.2　自拟方法与药典方法对样品的含量测定结果

自拟方法与药典方法[3]对样品的含量测定结果比较见表 2。

表 2　自拟方法与药典方法对样品的含量测定结果比较

微晶纤维素取样量(g)	微晶纤维素的含量(%)		RSD(%)	平均 RSD(%)
	自拟方法	药典方法		
0.126 2	98.51	98.56	0.05	0.05
0.128 8	98.29	98.32	0.04	

3　讨论

3.1　硫酸铈标准溶液(0.1 mol/L)的标定

根据《中国药典》2005 年版第二部附录[3],用三氧化二砷标定硫酸铈滴定液(0.1 mol/L),而三氧化二砷属毒性试剂,本实验是根据《中华人民共和国国家标准》(GB/T 601-2002)《化学试剂标准滴定溶液的制备》[2],硫酸铈标准溶液用工作基准试剂草酸钠进行标定,从而避免了三氧化二砷对环境带来的污染。

滴定终点的判断:硫酸铈溶液滴定至溶液呈浅黄色,滴定近终点,此时溶液呈浅黄色肉眼很难判断,加入 0.05 ml 邻二氮菲指示液使溶液变为桔红色,继续滴定至溶液呈浅蓝色。如果继续加入 0.05 ml 邻二氮菲指示液使溶液不为桔红色,而溶液呈浅蓝色显则滴定到达终点。

3.2　硫酸亚铁铵滴定液(0.1 mol/L)的标定

滴定终点的判断:硫酸铈滴定滴定至溶液由浅红色转为淡绿色。滴定终点易掌握。硫酸亚铁铵不稳定,易氧化反应,应临用前进行标定浓度。

3.3　微晶纤维素的含量测定

微晶纤维素加重铬酸钾溶液和硫酸进行碳化,滴定结果用空白试验校正。

滴定终点的判断:滴定终点由墨绿色渐变亮蓝色至灰绿色突跃即为终点。

微晶纤维素系纯棉纤维经水解制得的粉末,按干燥品计算,含纤维素应为 97.0% ~102.0%。本实验测得微晶纤维素的含量为 98.4%,在规定限度内,其含量符合规定。

依据 GB/T601-2002《化学试剂标准滴定溶液的制备》和《中国药典》2005 年版等[3],以工作基准试剂草酸钠标定硫酸铈滴定液,以硫酸铈滴定液标定硫酸亚铁铵滴定液,再用硫酸亚铁铵滴定液对微晶纤维素中纤维素含量测定方法进行研究,与药典方法即以三氧化二砷标定硫酸铈滴定液,以硫酸铈滴定液标定硫酸亚铁铵滴定液,再用硫酸亚铁铵滴定液对微晶纤维素中纤维素含量测定方法进行研究相比较,其 RSD 0.05%,方法可靠,避免使用三氧化二砷毒性试剂标定硫酸铈滴定液(0.1 mol/L)对环境带来的污染,其微晶纤维素的含量测定方法值得推广。

关键词:微晶纤维素;含量测定

中图法分类号:R927.2　　**文献标识码**:B

参考文献:

[1] 王宗德,胡庆国. 微晶体纤维素的特性及其应用[J]. 江西林业科技,2000,(1):26-28.

[2] 国家标准化管理委员会. 中华人民共和国国家标准(GB/T601-2002)[S]. 北京:中国标准出版社,2002:132.

[3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2005 年版:二部[S]. 北京:化学工业出版社,2005: 163.

[4] 中国药品生物制品检测所. 进口药品复核标准汇编[S]. 2002: 905.

(编辑　邓强庭)

文献标识码的标识方法

为了便于文献的统计和期刊评价,确定文献的检索范围,提高检索结果的适用性,每篇文章或资料应标识 1 个文献标识码。一般设置以下 5 种标准。

A:理论与应用研究学术论文(包括综述报告)

B:实用性技术成果报告(科技)、理论学习与社会实践总结(社科)

C:业务指导与技术管理性文章(包括领导讲话、特约评论等)

D:一般动态性信息(通讯、报道、会议活动、专访等)

E:文件、资料(包括历史资料、统计资料、机构、人物、书刊、知识介绍等)

不属于上述各类的文章以及文摘、零讯、补白、广告、启事等不加文献标识码。

本刊编辑部