

## • 简报 •

## 炉甘散中炉甘石含量测定方法的改进

路绪文 刘晋华 石磊 (中国人民解放军第25医院 张家口 075000)

炉甘散为炉甘石、生甘草、冰片等制成的治疗口腔溃疡病的纯中药制剂,其中主要成份炉甘石的含量测定方法中国药典90版规定为络合滴定法<sup>[1]</sup>。在滴定过程中,滴定液的颜色可随放置时间的延长而逐渐由浅棕色变为深棕色使终点判断困难。为此,我们在药典法的基础上对滴定方法进行了改进,改进后的方法结果准确,简便快速,现报道如下:

**1 实验材料** 基准物氧化锌,上海试剂一厂,炉甘石,上海医科大红旗制药厂,批号910509;甘草,中国药品生物制品检定所提供,批号904-9103;冰片,张家口市中药批发站提供;氨-氯化铵酸冲液(PH10.0)、磷酸二氢钠试液、稀盐酸、酚酞指示剂、0.05ml/L 乙二胺四乙酸二钠标准液均按药典规定配制或标定。

**2 实验方法与结果**

**2.1 测定方法** 精密称取炉甘散1g,置50ml量瓶中,加稀盐酸10ml,振荡使锌盐溶解,加浓氨试液与氨-氯化铵酸冲液(PH10.0)各10ml,加磷酸氢二钠试液至50ml,充分摇振,过滤。弃去初滤液,精密吸取续滤液5ml,加氨-氯化铵酸冲液(PH10.0)1份与水4份的混合液30ml,30%三乙醇胺液15ml与铬黑T指示剂少量,用乙二胺四乙酸二钠液(0.05ml/L)滴定至溶液由紫红色变为孔雀绿色即得。每1ml的乙二胺四乙酸二钠液(0.05ml/L)相当于4.069mg的氧化锌。

**2.2 实验条件选择**

**2.2.1 甘草与冰片对滴定结果的影响** 依处方比例量分别精密称取甘草标准品及冰

片精制品(采用乙醚/水反应重结晶而得),按上述测定方法自“置50ml量瓶中”起操作,进行单组分空白对照,结果证明甘草与冰片均不消耗0.05ml/L 乙二胺四乙酸二钠标准液,故对炉甘石的含量测定无干扰。但发现甘草可使终点颜色由紫红变为孔雀绿色。

**2.2.2 滴定终点确定** 炉甘散由于含有甘草而致使滴定终点由原来的紫红色→纯兰色转变为由紫红色→孔雀绿色。为判断这一颜色的变化是否影响测定结果,我们采用基准物氧化锌0.3g代替炉甘石,精密称取后,一组按处方比例加入甘草与冰片,另一组不加作空白对照,按上述含量测定方法测定氧化锌含量,回收率分别为100.93%、101.04%,说明甘草的存在虽可使滴定终点颜色改变,但并不影响含量测定结果,故将炉甘散含量测定之终点到达颜色确定为孔雀绿色。

**2.2.3 样品取量对滴定结果的影响** 精密称取炉甘石0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6g,依上述方法进行含锌量测定,结果分别为69.22、69.31、69.31、69.31、69.30、69.20(%),说明检品取样量对含量测定结果无影响。

**2.2.4 指示剂用量选择** 为确定指示剂用量,分别精密称取铬黑T指示剂1.55、2.55、3.00、3.50mg,进行含锌量测定,结果除取量1.55mg滴定时不显色,其余滴定结果分别为70.02、70.04、70.02(%)。因此,滴定时指示剂取量以2.55~3.50为宜。

**2.3 稳定性试验** 取炉甘散样品待测液分别在0时和室温下旋转1h、2h、3h、4h后测

定含锌量,结果表明样品液放置时间对滴定结果无影响。

**2.4 回收率试验** 精密称取基准物氧化锌 0.2—0.6g,按处方比例量加入甘草和冰片,用改进的方法测定 ZnO 含量,结果见表 1。

表 1 回收率试验

编号	投入量	测得量	回收率(%)
1	0.3005	0.3018	100.43
2	0.2011	0.2032	101.04
3	0.3003	0.3018	100.50
4	0.4002	0.4017	100.37
5	0.5009	0.5038	100.58
6	0.3017	0.3039	100.73

注:①n=3②统计结果  $\bar{X}=100.60\%$   $RSD=0.30\%$

**2.5 样品含量测定** 取不同批号的炉甘散依改进的测定方法分别进行炉甘石的含量测定,并与药典法比较,结果见表 2。

表 2 样品 ZnO 含量测定

批号	改进方法	药典法
940203	69.30	68.48
940519	69.22	68.70
940817	69.20	68.85
941008	69.32	69.04

注:n=3

我们用药典法对炉甘石单组分进行含量测定,测得含锌量为 69.40%,与上述两法得的结果比较,改进方法更接近炉甘石单组分测定结果。

### 3 讨论

**3.1** 改进后的方法仍保留药典法中加稀盐酸溶解锌盐及用乙二胺四乙酸二钠液进行络合滴定所需的碱性环境,故不影响炉甘石含量测定的准确性。

**3.2** 经实验证明,甘草的碱性溶液是造成炉甘散滴定液放置后颜色变深的原因,故改进的方法仅吸取续滤液 5ml,大大减少了甘草的碱性溶液体积,使滴定液在滴定过程中无明显的颜色变深,终点易于观察。

**3.3** 改进后的方法简单快速,结果准确,回收试验其变异系数(CV)不大于 2%<sup>[2]</sup>,说明这一方法是可行的,对于含有炉甘石的中草药制剂的含锌量测定具有一定的实用价值。

### 参 考 文 献

- 〔1〕中国药典(一部). 1990:191
- 〔2〕中华人民共和国卫生部. 新药审批办法修改及补充规定,附件七