

小儿清热止咳口服液中石膏的含量测定

李晓明, 邵爱娟, 陈敏, 吴志刚, 林淑芳
(中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 建立小儿清热止咳口服液中二水硫酸钙含量测定方法。方法: 先将样品炭化后灰化, 然后应用 EDTA 络合滴定法测定二水硫酸钙的含量。结果: 3 批不同的小儿清热止咳口服液中二水硫酸钙的质量浓度分别为 1.033, 2.172, 1.872 g·L⁻¹。平均回收率为 97.35%, RSD 1.21%。结论: 方法操作简便, 可用于小儿清热止咳口服液中二水硫酸钙的含量测定。

[关键词] 生石膏; 二水硫酸钙; 小儿清热止咳口服液; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)19-0072-02

Determination of Calcium Sulfate Dihydrate in Xiao'er Qingre Zhike Koufuye

LI Xiao-ming, SHAO Ai-juan, CHEN Min, WU Zhi-gang, LIN Shu-fang

(Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the analysis method for content determination of calcium sulfate dihydrate in Xiao'er Qingre Zhike Koufuye. **Method:** Samples were charcoaled and incinerated to ash, and the content of calcium sulfate dihydrate was determined by complexometric titration. **Result:** The content of calcium sulphate dihydrate in three batches of Xiao'er Qingre Zhike Koufuye was 1.033, 2.172, 1.872 g·L⁻¹ respectively. The average recovery was 97.35% with RSD of 1.21%. **Conclusion:** The method established was simple in operation, and can be used for the determination of calcium sulphate dihydrate in Xiao'er Qingre Zhike Koufuye.

[Key words] gypsum; calcium sulphate dihydrate; Xiao'er Qingre Zhike Koufuye; content determination

小儿清热止咳口服液为药典收录的非处方类中药成方制剂^[1], 具清热宣肺, 平喘, 利咽功效。用于小儿外感风热所致的感冒。小儿清热止咳口服液的质量控制方法已有报道, 如薄层色谱法^[2]、HPLC 法^[3]、HPCE 法^[4]等, 而石膏成分的定量测定未见报道。方中石膏用量较大, 主要起清热降火, 除烦止渴的作用, 但石膏在水中的溶解度很低。为控制小儿清热止咳口服液中石膏的成分, 本文利用改良的 EDTA 络合滴定法测定制剂中二水硫酸钙的含量。

1 材料

1.1 样品 小儿清热止咳口服液, 北京亚东生物制药有限公司(批号 1006020), 太极集团重庆桐君阁

药厂有限公司(批号 10010001003), 成都天银制药有限公司, 3 批样品均为市售样品。

1.2 试剂与仪器 二水硫酸钙(calcium sulfate dihydrate)为分析纯, 国药集团化学试剂有限公司, 批号 F20090612, 含量(CaSO₄·2H₂O) ≥ 99.0%。钙黄绿素指示剂(批号 20090806), 甲基红指示剂(国药集团化学试剂有限公司, 批号 20091209), 乙二胺四醋酸二钠(EDTA-2Na)标准试剂(0.05 mol·L⁻¹)(国家化学试剂质检中心, 批号 201001); [精密量取 10 mL 标准试剂(0.05 mol·L⁻¹), 置 100 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 稀释至浓度为 0.005 mol·L⁻¹的标准溶液]。

氢氧化钾、氢氧化钠、盐酸(北京化工厂, 批号 20090726)分析纯 AR, 水为纯水(自制, 50G 型帕斯蒂卡超纯水机, 北京子涵世纪科技有限公司)。马弗炉(国产), ES30A 温控电热/磁力搅拌器(北京伯泰科仪器有限公司), BS-210S 型 1/万型电子天平(北

[收稿日期] 2011-05-26

[基金项目] 国家科技支撑计划课题(2008BAI55B02)

[第一作者] 李晓明, 副研究员, Tel: 010-64014411-2955, E-mail: lixiaoming_icmm@sina.com.

京赛多利斯天平有限公司),电炉(1 000 W)带调压器。

2 方法与结果

2.1 供试品的制备 取供试品3支混匀、精密吸取10 mL,置30 mL坩埚内,敞口置于带调压器的电炉上(1 000 W, 120 V),炭化2 h,至炭化完全,所有操作均在通风橱中进行。将样品炭化完全的坩埚盖上盖,至马弗炉中,700 ~ 800 °C,维持6 h,至灰化完全,放冷,备用。

2.2 测定方法 将坩埚内的灰白色固体物质加稀盐酸10 mL,加热使溶解,将溶液转移至锥形瓶中,

用蒸馏水洗坩埚3~4次;最后加水总量为100 mL,滴加甲基红指示液1滴,滴加氢氧化钾试液至溶液显浅黄色,再继续多加5 mL,加钙黄绿素指示剂少量,用乙二胺四醋酸二钠滴定液($0.005 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)滴定,至溶液的黄绿色荧光消失,并显橙色。每1 mL乙二胺四醋酸二钠滴定液($0.005 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)相当于0.860 8 mg的含水硫酸钙($\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

2.3 加样回收率试验 取已知含量的小儿清热止咳口服液(北京亚东,批号1006020)6支,精确加入二水硫酸钙对照品,按2.1供试品制备方法制备样品,测定每份中加样回收率。结果见表1。

表1 清热止咳口服液中加样回收率试验

No.	取样量/mL	已知量/mg	加入量/mg	EDTA/mL	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	10	10.33	9.93	23.20	9.64	97.09		
2	10	10.33	10.18	23.50	9.90	97.23		
3	10	10.33	10.34	23.50	9.90	95.73		
4	10	10.33	10.41	24.00	10.33	99.22	97.35	1.21
5	10	10.33	10.54	24.00	10.33	98.00		
6	10	10.33	10.67	24.00	10.33	96.81		

2.4 样品测定 按照2.1项下的方法处理供试品,进行样品测定,见表2。

表2 小儿清热止咳口服液中二水硫酸钙的含量测定

No.	取样量/mL	EDTA/mL	二水硫酸钙/mg	平均含量/ $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	RSD/%
批号1	10	12.10	10.42	1.033	1.23
	10	11.90	10.24		
批号2	10	31.00	26.68	2.712	2.27
	10	32.00	27.55		
批号3	10	22.50	19.37	1.872	4.87
	10	21.00	18.08		

3 讨论

3个不同厂家生产的小儿清热止咳口服液中二水硫酸钙的含量有一定差异,这与二水硫酸钙在水中溶解度较低以及生产工艺不同有一定关系。试验加稀盐酸和不加稀盐酸后炭化和灰化,在实验过程中,加酸后炭化,溶液颜色发黑,灰化3次,都不容易灰化完全,而不加酸炭化和灰化6 h,都可以灰化完

全。因此加样回收试验采用直接加固体二水硫酸钙,不是通过稀盐酸溶解二水硫酸钙后滴加溶液的方式进行。

本研究采用先炭化后灰化的方法,对小儿清热止咳口服液中二水硫酸钙的含量进行了测定,适用于小儿清热止咳口服液中二水硫酸钙的质量控制。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S]. 2010: 496.
- [2] 苏丽静,吴伟东,余星云. 小儿清热止咳口服液薄层鉴别方法的改进[J]. 今日药学, 2010, 20(6):45.
- [3] 吴伟东,苏丽静,高原. HPLC法测定小儿清热止咳口服液中盐酸麻黄碱含量[J]. 今日药学, 2009, 19(1): 46.
- [4] 刘洋,蒋晔,孙捷. HPCE法同时测定小儿清热止咳口服液中3个组分[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(2):133.

[责任编辑 蔡仲德]