

炉甘石药材及饮片中氧化锌紫外-可见测定方法研究

杨连菊¹, 冯学锋¹, 徐子芳^{1,2}, 李尧尧^{1*}, 冯林敏³, 王剑平¹, 顾雪竹¹

(1. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700; 2. 江西中医学院, 南昌 330008;
3. 北京中医药大学 中药学院, 北京 100102)

[摘要] 目的: 建立炉甘石药材及饮片中氧化锌的紫外-可见测定方法。方法: 应用紫外-可见分光光度法测定 9 批药材和 13 批饮片中氧化锌的含量, 用锌试剂显色, 以标准曲线法计算含量。结果: 样品的平均回收率为 99.72%, RSD 1.85%。结论: 该方法准确、简便, 可重复性好, 适用于炉甘石药材及饮片的质量控制。

[关键词] 紫外-可见分光光度法; 炉甘石; 药材和饮片; 氧化锌

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)22-0089-03

Study on the Content of Zinc Oxide in Calamina Mineral Medicine and Pieces by Ultraviolet-visible Spectrophotometry

YANG Lian-ju¹, FENG Xue-feng¹, XU Zi-fang^{1,2}, LI Rao-rao^{1*},
FENG Lin-min³, WANG Jian-ping¹, GU Xue-zhu¹

(1. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Science, Beijing 100700, China;
2. Jiangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330008, China;
3. Institute of Chinese Medicine, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the UV spectrophotometry for the determining zinc oxide content in crude drug and processed pieces of Calamina. **Method:** Chromogenic method of zinc reagent was used. The content of zinc oxide in 9 batches of crude drug and 13 batches of processed pieces were determined by UV spectrophotometry. Standard curve method was used in the calculation of the content. **Result:** The average recovery rate of sample was 99.72% with RSD 1.85%. **Conclusion:** This method is accurate, simple for the determination of zinc oxide. It is suitable for quality control of Calamina herbs and pieces.

[Key words] UV-VIS spectrophotometry; Calamina; herbs and pieces; zinc oxide

[收稿日期] 20110612(006)

[基金项目] 科技部国家科技支撑计划(2008BAI55B02)

[第一作者] 杨连菊, 副研, 从事中药资源与质量研究工作, Tel: 010-643032656, E-mail: ylj0705@yahoo.com.cn

[通讯作者] *李尧尧, 博士, 副研究员, 从事中药炮制工作, Tel: 010-64014411-2975, E-mail: leeraorao@163.com

通过对仙阳壮肾胶囊进行细菌、霉菌及酵母菌计数方法及控制菌检查的验证研究, 仙阳壮肾胶囊可以使用直接接种法进行控制菌检查, 以培养基稀释法测定细菌总数、霉菌及酵母菌总数检查。

[2] 严赞开, 胡春菊. 淫羊藿甙的提取及抑菌作用[J]. 江苏农业科学, 2006, 4: 56.

[3] 公衍玲, 王宏波, 金宏. 郁金挥发油提取工艺及其抑菌活性研究[J]. 医药导报 2009, 2(28): 170.

[参考文献]

[责任编辑] 蔡仲德

[1] 中国药典. 一部[S]. 2010: 附录 XIIC.

炉甘石具有明目退翳,收涩敛疮之功。临床作为眼科、外科、皮肤科药治疗目赤肿痛,眼缘赤烂,溃瘍不敛,皮肤搔痒,湿疹等症。其药材和饮片中氧化锌的含量测定在历版药典中均采用络合滴定法^[1]。滴定法由于所加指示剂可能因加入量、指示终点与等当量间、操作者对颜色判断等引起误差,相对标准偏差较大。

紫外-分光光度法具有较高的灵敏度和准确度,检出限可达 $10^{-7} \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$,相对误差通常为 1% ~ 5%,所用仪器设备简单、操作方便、易于掌握和推广,为常用的分析方法之一。

为了建立一种准确、简便、易操作的检测方法,本文根据氧化锌与锌试剂呈色的原理,采用可见-紫外分光光度法直接测定炉甘石药材及饮片中氧化锌的含量,为其内在质量控制提供更为科学的方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 紫外-可见分光光度计 (UVWINv 5.0.5,型号:T6 新世纪,北京普析通用仪器有限责任公司,±2 nm)。

1.2 试剂 氧化锌对照品(中国药品生物制品检定所,批号 111619-200301)。锌试剂(国药集团化学试剂有限公司,批号 F20080121),氢氧化钠、氯化钾、盐酸、硼酸等试剂均为分析纯。炉甘石药材和煅炉甘石药材的产品目录见表 1。

氢氧化钠试液:取氢氧化钠 4.3 g,加水 100 mL 使溶解。稀盐酸试液:准确量取盐酸 234 mL,加水至 1 000 mL。硼酸-氯化钾缓冲液(pH = 9.0):取硼酸 3.09 g,加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氯化钾溶液 500 mL,使溶解,再加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液 210 mL。锌试剂溶液的配制:取锌试剂 0.13 g,加氢氧化钠试液 2 mL 溶解,加水至 100 mL^[2]。

2 方法与结果

2.1 试液的制备方法

2.1.1 对照品溶液的制备方法 精密称取氧化锌对照品 0.05 g,置 100 mL 量瓶中,加稀盐酸 10 mL 振摇,加水至刻度摇匀,精密量取 10 mL 置 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀备用。

2.1.2 供试品溶液的制备方法 精密称取样品 0.05 g,置 100 mL 量瓶中,加稀盐酸 10 mL 振摇,加水至刻度摇匀,用干燥滤纸滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 10 mL 置 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀备用。

2.1.3 空白试液的制备方法 取 100 mL 量瓶,加稀盐酸 10 mL 振摇,加水至刻度摇匀,精密量取 10 mL 置 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀备用。

2.2 检测波长的选择 精密移取 2.1.1 项下氧化锌对照品溶液 2 mL,置 50 mL 量瓶中,各精密加硼酸-氯化钾缓冲液(pH 9.0)10 mL 与锌试剂 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀,放置 1 h;取 2.1.3 项下的空白试液 2 mL,同法制备,作为空白对照,在 400 ~ 800 nm 波长扫描吸收光谱,氧化锌的最大吸收为 620 nm。

2.3 线性范围 准确移取 2.1.1 项下的氧化锌对照品溶液 0.5,1.0,1.5,2.0,2.5 mL 分别置 50 mL 量瓶中,各精密加入硼酸-氯化钾缓冲液(pH 9.0)10 mL 与锌试剂 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀;取 2.1.3 项下的空白试液 2 mL,置 50 mL 量瓶中,同法制备,作为空白对照;照紫外-可见分光光度法(附录 V A)^[3],在 620 nm 波长处测定吸光度,以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,进行回归处理,得回归方程 $Y = 285.78X + 0.0025 (r = 0.9994)$ 。

2.4 样品测定 分别称取炉甘石药材或饮片各约 0.05 g,精密称定,按照 2.1.2 项下的方法分别制备供试品溶液。准确移取上述各种溶液各 2 mL,分别置 50 mL 量瓶中,精密加硼酸-氯化钾缓冲液(pH 9.0)10 mL 与锌试剂 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀;取 2.1.3 项下的空白试液 2 mL,置 50 mL 量瓶中,同法制备,作为空白对照;照紫外-可见分光光度法(附录 V A)^[1],在 620 nm 波长处测定吸光度,从标准曲线上读出供试品溶液中含氧化锌的质量(μg),计算含量。测定结果见表 1。

2.5 方法学考察

2.5.1 精密度试验 精密称取煅 20100107 样品约 0.05 g,按照 2.1 项下的方法分别制备对照品溶液、供试品溶液和阴性对照液,按照 2.4 项下的方法进行测定,测定吸光度,计算 RSD 0.13%,表明仪器的精密度良好。

2.5.2 重复性试验 精密称取同一样品 5 份,每份约 0.05 g,精密称定,按照 2.1 项下的方法分别制备对照品溶液、供试品溶液和阴性对照液,测定吸光度,计算 RSD 1.29%,表明样品的制备方法重复性良好。

2.5.3 稳定性试验 取同一样品约 0.05 g,精密称定,按照 2.1 项下的方法分别制备对照品溶液、供试

表1 炉甘石药材及其饮片中氧化锌的含量

样品编号	产地	氧化锌/%
生 20100101	广西柳州 1	50.30
生 20100102	广西柳州 2	70.56
生 20100103	广西柳州 3	70.02
生 20100104	广西柳州 4	73.38
生 20100105	贵州贵阳	65.57
生 20100108	陕西紫阳	41.63
生 20100117	广西	71.01
生 20100321	未知产地 2	92.25
煅 20100101	广西柳州 1	55.93
煅 20100102	广西柳州 2	77.43
煅 20100103	广西柳州 3	61.01
煅 20100104	广西柳州 4	75.72
煅 20100106	上海蔡同德堂	67.99
煅 20100107	上海京华化工厂	76.54
煅 20100310	煅炉甘石	71.39
煅 20100311	炉甘石粉(合成)	65.68
煅 20100312	煅炉甘石	70.50
煅 20100313	煅炉甘石	97.51
煅 20100314	煅炉甘石	82.07
煅 20100315	煅炉甘石	51.72
煅 20100316	煅炉甘石	75.31

品溶液和阴性对照液,分别在 0, 20, 40, 60, 80 min 测定其吸光度,计算 RSD 0.83%,表明样品在 80 min 中内稳定。

2.5.5 加样回收率试验 采用加样回收法,取已经

含量的煅炉甘石样品 6 份,每份约 25 mg,精密称定,分别精密加入干燥的对照品约 18 mg,按照 2.1 项下的方法分别制备对照品溶液、供试品溶液和阴性对照液,计算平均回收率为 99.85%,RSD 1.85%。

3 小结与讨论

本实验应该避光操作。由于锌试剂溶液在光照下不稳定,因此溶剂应该使用前临时配制,置棕色瓶中避光保存。

经对氧化锌对照品及供试品溶液在不同浓度下进行吸收度的光谱扫描,确定其显色反应后的产物在 620 nm 处为最大吸收,因此选择该波长为检测波长。

历版药典均采用络合滴定法测定炉甘石药材及煅炉甘石中氧化锌的含量。分光光度法与滴定法相比较,具有灵敏度高的优点。选用分光光度法测定炉甘石药材及饮片中氧化锌的含量,方法简单、重复性好,可用于该药材及饮片的质量控制。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010:附录 30.
- [2] 徐永波,梁秀芬,王蓉华. 分光光度法测定复方氧化锌洗剂中氧化锌的含量[J]. 中国医疗前沿, 2007, 2(8): 78.
- [3] 冯振兴,陈祝君. 原子吸收分光光度法测定炉甘石洗剂中氧化锌的含量[J]. 中国现代应用药学, 2010, 27(9): 844.

[责任编辑 蔡仲德]