

清咽六味散中石膏的含量测定

李晓明, 陈敏, 邵爱娟*, 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:建立清咽六味散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:对不同的清咽六味散样品进行二水硫酸钙的含量测定,平均回收率为101.33%,RSD 0.54%。结论:方法操作简便,可用于清咽六味散中二水硫酸钙的含量测定。

[关键词] 生石膏;二水硫酸钙;清咽六味散;含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)09-0072-02

Determination of Gypsum in Qingyan Liuwei San

LI Xiao-ming, CHEN Min, SHAO Ai-juan*, 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 determination of gypsum in Qingyan Liuwei San. **Method:** Samples were charcoaled and incinerated to ash, and the content of gypsum was determined by complexometric titration. **Result:** Calcium sulphate dihydrate in Qingyan Liuwei San was 17.63% and 21.60% with the average recovery of 102.88%, RSD of 0.65%. **Conclusion:** The method established was simple in operation, and can be used for the content determination of calcium sulphate dihydrate in Qingyan Liuwei San.

[Key words] gypsum; calcium sulphate dehydrate; Qingyan Liuwei San; content determination

清咽六味散是蒙医药常用药品(蒙名:高勒图宝贝-6),已载入卫生部药品标准(蒙药分册)^[1]。该品具有理肺、清咽功效;用于外感咳嗽、失音声哑、咽喉肿痛等症,处方为丁香2.5 g,石膏1.5 g,甘草1.5 g,木香1.0 g,诃子1.0 g,玉簪花1.0 g。石膏^[2]为常用矿物类中药,在处方中用量较大,对处方中石膏的鉴别^[3]以及对处方中其他成分进行薄层鉴别^[4]已有报道,未见对石膏成分定量测定的报道,原标准中也未对石膏成分作定量测定。本研究利用清咽六味散对制剂中所含的石膏成分进行含量测定。

1 材料

1.1 样品 清咽六味散3批,均为市售样品。辽宁

阜新蒙药有限责任公司(国药准字Z21020302,批号20090610,20100430);内蒙古蒙药股份有限公司(国药准字Z15020428,批号090701)。

1.2 试剂与仪器 二水硫酸钙为分析纯(国药集团化学试剂有限公司,批号F20090612,含量≥99.0%)。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);钙黄绿素指示剂、甲基红指示剂、氢氧化钾、氢氧化钠、盐酸均为分析纯,水为纯水。马弗炉、1/万电子天平、电炉(1 000 W)带调压器、中速定性滤纸、250 mL锥形瓶,25 mL酸式滴定管,滴瓶,30 cc瓷质坩埚等。

2 方法与结果

2.1 供试品的制备 取供试品约1.1 g、精密称定,置30 cc坩埚内,敞口置于带调压器的电炉上(1 000 W,90 V),炭化1 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,650 ℃过夜,至灰化完全,放冷,

[收稿日期] 2010-12-06

[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

[通讯作者] *邵爱娟,研究员,研究方向:中药资源, Tel: 010-64014411-2955, E-mail: shaoaijuan@yahoo.com.cn

备用。

2.2 测定方法 按照《中国药典》2010年版一部石膏项下的测定方法进行。

2.3 空白试验 按照2.2项下的方法制备不加入供试品的空白溶液,测得消耗乙二胺四乙酸二钠滴定液($0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)0.2 mL。

2.4 重复性试验 平行称取5份样品,按供试品溶液制备方法进行制备及含量测定,计算RSD。结果表明重复性良好,见表1。

2.5 加样回收率试验 精密称取已知含量的清咽六味散样品(批号20100430)0.5 g左右6份,精确

表1 重复性试验

No.	称样量/g	EDTA/mL	含量/%	RSD/%
1	1.1260	24.70	18.88	
2	1.1276	24.80	18.93	
3	1.1266	24.75	18.91	0.43
4	1.1338	25.15	19.09	
5	1.1247	24.80	18.98	

加入一定量的二水硫酸钙对照品,按2.1供试品制备方法制备,测定每份中加样回收率。测定结果见表2。

表2 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 加样回收率试验

No.	取样量/g	已知量/g	加入量/g	EDTA/mL	测得量/g	回收率/%	平均值/%	RSD/%
1	0.5684	0.1078	0.1010	24.3	0.1014	100.39		
2	0.5680	0.1077	0.1023	24.6	0.1041	101.76		
3	0.5676	0.1077	0.1026	24.6	0.1041	101.46		
4	0.5681	0.1078	0.0998	24.3	0.1014	101.60	101.33	0.54
5	0.5689	0.1079	0.1054	25.0	0.1073	101.80		
6	0.5677	0.1077	0.1022	24.5	0.1032	100.98		

2.6 样品测定 按照2.1项下的方法处理,按2.2项下方法进行样品测定,结果见表3。

表3 清咽六味散中二水硫酸钙的含量测定

No.	取样量/g	EDTA/mL	二水硫酸钙/%	平均值/%	RSD/%
20090610	1.1334	23.09	17.51	17.63	0.80
	1.1335	23.32	17.71		
20100430	1.1287	24.90	18.99	19.02	0.19
	1.1303	25.00	19.04		
20090701	1.1004	27.70	21.67	21.60	0.46
	1.1075	27.70	21.53		

3 讨论

本方中除石膏外,还含有另外5种中药成分,直接采用EDTA配位(络合)滴定法,干扰比较严重,滴定终点无法判断,采用先炭化后灰化的方法,可以有效地解决此问题。在实验过程中,发现经炭化和灰化后的固体成分,加酸可以溶解,滴加氢氧化钾试液后,有一部分碱不溶物呈絮状沉淀析出,但对滴定终

点的判断没有影响,通过过滤的方法也可以使溶液澄明。

由于石膏为矿物药,所以一般对于含石膏的中药制剂中石膏成分不作定性和定量的检测。本研究采用先炭化后灰化的方法,对清咽六味散中石膏(二水硫酸钙)的含量进行了测定,适用于清咽六味散的质量控制。对以石膏入药的中药制剂特别是散剂中的石膏含量测定具有现实意义。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准(蒙药分册)[S]. 1998:172.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2010:87.
- [3] 李晓明,邵爱娟,陈敏,等. 生、煅石膏的粉晶X-射线衍射分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(17):77.
- [4] 赵慈英,张燕,白音夫. 清咽六味散的薄层色谱鉴别[J]. 中国民族医药杂志, 2006, 12(6):62.

[责任编辑 蔡仲德]