

## 复方升汞搽剂中升汞的含量测定

李爱红<sup>1</sup>, 刘晓君<sup>2</sup>, 庾学超<sup>1</sup>, 徐 腾<sup>1</sup> (1. 广州军区联勤部药品仪器检验所, 广东 广州 510500; 2. 中国人民解放军第 195 医院药械科, 湖北 咸宁 437100)

**摘要** 目的: 测定复方升汞搽剂中升汞的含量。方法: 采用蒸干乙醇, 热水溶解, 室温过滤等方法, 除去一部分不溶于水的干扰成分, 同时采用加入氯仿双相络合滴定, 使部分有色干扰溶于氯仿。结果: 终点突跃明显, 结果准确。平均回收率 99.77%, RSD = 0.19% 结论: 可用于复方升汞搽剂中升汞的含量测定。

**关键词** 升汞; 含量测定; 络合滴定

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006-0111(2003)04-0217-02

复方升汞搽剂为某医院在临床上用于治疗银屑病的抗真菌外用搽剂, 经过 20 年的临床使用, 证明该制剂疗效较好, 总有效率达 100%。其处方为医院自拟协定处方, 主要成分为升汞和羊蹄酊等。由于升汞的毒性较大, 在临床上必须严格的掌握升汞的含量, 一般规定, 皮肤外用汞的含量应在  $100\mu\text{g} \cdot \text{m}^3$  以下<sup>[1]</sup>, 以防止出现汞中毒的现象, 所以汞的含量测定是该制剂质量控制的关键。由于该制剂为复方制剂, 按照《广州部队医院制剂选编》<sup>[2]</sup> 所记载的“复方升汞醇溶液”项下的方法测定, 有些成分对反应可造成干扰, 而本法终点突跃明显, 结果准确。

### 1 实验部分

**1.1 方法** 精密量取本品 10mL, 置三角烧瓶, 水浴蒸干, 再加水 20mL, 加热煮沸 1min, 放冷至室温, 滤过, 用 30mL 水依次洗涤三角烧瓶, 洗液滤过, 合并滤液, 加三氯甲烷 15mL, 即为供试品溶液, 备用。另取硫酸镁试液 1 滴, 加氨-氯化铵缓冲液 (pH10.0) 20mL, 铬黑 T 指示剂少许, 用 EDTA-2Na 液 ( $0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 滴定至溶液显纯蓝色。将此液加入供试品中, 用 EDTA-2Na 液 ( $0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 滴定至溶液由紫红色转变为浅蓝色或浅绿色, 即得。

**1.2 回收率试验** 精密称取升汞 ( $\text{HgCl}_2$ ) (上海试剂四厂, 其含量为 99.5%) 约 0.1g, 加入到 10mL 不含升汞的按处方组成配制的溶液中, 按含量测定项下操作测定回收率, 结果如表 1:

表 1 回收率试验结果

加样量(g)	测得量(g)	回收率(%)	平均回收率	RSD
1	0.123 8	0.123 6	99.84	
2	0.106 3	0.106 0	99.72	99.77%
3	0.110 9	0.110 4	99.58	0.19%
4	0.101 6	0.101 7	100.05	
5	0.114 6	0.114 2	99.64	

**1.3 样品测定** 取三批次样品, 按含量测定项下方法测定, 结果如表 2:

表 2 样品测定结果

批号	测定次数	占标示量(%)	相对平均偏差(%)
020524	3	94	0.38
020615	3	97	0.35
020721	3	105	0.42

### 2 讨论

该制剂标准原收载于《广州部队医院制剂选编》中“复方升汞醇溶液”项下。其含量测定方法为用氯仿多次提取除去羊蹄酊提取物干扰, 根据升汞与乙二胺四醋酸二钠盐能形成较为稳定的络合物的特性, 利用络合反应的原理来进行定量分析。其络合比为 1:1, 因无较为合适的指示剂, 故采用 EDTA-Mg 铬黑 T 间接指示终点。但是, 经过实验证明, 该方法操作费时, 提取中易乳化。由于本品为羊蹄酊等复方制剂组成, 该溶液本身即为棕黄色或棕红色液体, 用氯仿提取不能完全把羊蹄酊颜色干扰去除。在用 EDTA-2Na 的滴定过程中, 造成颜色的干扰, 终点突跃难以观察, 结果不够准确, 我们试采取改变指示剂以及消化破坏后滴定的方法, 结果回收率试验均不理想。考虑到处方中羊蹄酊为醇提取物, 部分不溶于水, 经过反复实验, 针对本品含有羊蹄酊的醇提取物, 先采用水浴蒸干乙醇, 再加入热水溶解, 使羊蹄酊提取物大部分沉淀,  $\text{HgCl}_2$  溶于热水中, 放冷, 使干扰物尽量沉淀完全。再通过过滤, 除去不溶于水的干扰成分, 同时加入氯仿双相滴定, 使部分有色干扰溶于氯仿层。经过处理后, 此时的溶液呈淡黄色, 终点为浅蓝色, 如果前面蒸干过度, 使部分有机物炭化, 则溶液显淡棕色, 而终点为浅绿色, 但不影响结果的准确性。另外, 由于本品为酸性溶液, 为了使络合滴定反应进行完全, 经实验证明加氨-

氯化铵 20mL 缓冲液,使供试液 pH 值维持在 10 左右,较为合适。

从上述实验结果看,经过加样回收率试验,表明该方法简单、准确、可行,可用于该试剂的含量测定。

参考文献:

- [1] 化学品毒性、法规、环境数据手册[M]. 北京:中国环境科学出版社,1992:604.  
[2] 中国人民解放军广州军区后勤部卫生部编. 广州部队医院制剂选编[M]. 1989:91.

收稿日期:2003-03-24

## 反相高效液相色谱法测定消炎颗粒中黄芩苷的含量

秦红霖(北京军区药检所,北京 100071)

**摘要** 目的:测定消炎颗粒中黄芩苷的含量。方法:RP-HPLC 法,采用  $C_{18}$  分析柱,甲醇-0.2%磷酸(60:40)为流动相,检测波长为 280nm。结果:该法平均回收率为 100.64%, $RSD=1.69\%$  ( $n=5$ )。结论:本法快速、准确,样品处理简便易行,重现性好。

**关键词** 反相高效液相色谱法;消炎颗粒;黄芩苷

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)04-0218-02

## Determination of baicalin in Xiaoyan granules by RP-HPLC

QIN Hong-lin(Institute for Drug Control of Beijing Command of PLA, Beijing 100071, China)

**ABSTRACT OBJECTIVE:** To determine the content of baicalin in Xiaoyan granules. **METHODS:** Reverse-phase high performance liquid chromatography was established. A  $C_{18}$  column (250mm × 4.6mm, 5 $\mu$ m) with mobile phase of MeOH:0.2% phosphat (60:40) was used. The detection wavelength was 280nm. **RESULTS:** The mean recoveries were 100.64% ( $RSD=1.69\%$ ). **CONCLUSION:** The method was rapid, sensitive and accurate.

**KEY WORDS** RP-HPLC; Xiaoyan granules; baicalin

消炎颗粒是以黄芩、板兰根、麦冬等多味中药组成的复方制剂。具有清热解毒、消炎利咽之功效。临床用于呼吸道感染,为了有效控制产品质量,保证临床用药安全,笔者采用反相高效液相色谱法对该药中黄芩成分黄芩苷(baicalin)进行了含量测定,并经方法学考察,认为本法可行。

### 1 仪器与药品

高效液相色谱仪(美国惠普 HP 1050-DAD 系统)。黄芩苷对照品供含量测定用(中国药品生物制品检定所提供);消炎颗粒(批号:980706 980809 980905,第 466 医院制剂室);甲醇(色谱纯);其它试剂均为分析纯。

### 2 试验部分

**2.1 色谱条件** 色谱柱:Kormasil  $C_{18}$  分析柱(250mm × 4.6mm, 5 $\mu$ m),流动相:甲醇-0.2%磷酸(60:40);检测波长:280nm;流速:1.0mL/min;柱温:室温。见图 1。

**2.2 供试品溶液的制备** 精密称取消炎颗粒

0.1g,加甲醇 30mL,超声 30min,过滤,滤液加甲醇定容置 50mL 量瓶中,精密量取 1mL,定容至 5mL 量瓶中,用 0.45 $\mu$ m 滤膜滤过,作为供试品溶液。

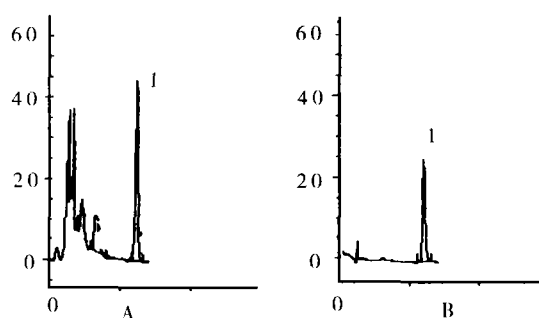


图 1 样品(A)和对照品(B)色谱图  
1-黄芩苷

**2.3 对照品溶液的制备** 精密称取黄芩苷对照品,加甲醇制成每 1mL 含 50 $\mu$ g 的对照品溶液。

**2.4 线性关系及标准曲线** 分别精密吸取上述对照品溶液 2.5、5、10、15、20 $\mu$ L,依次进样,按上述色谱条件测定,以峰面积分值为纵坐标,黄芩苷进样量