

络合滴定法测定鞣酸鱼肝油软膏中的鞣酸含量

沈特庞, 姚水宝, 黄小华 (浙江省湖州市中心医院, 浙江 湖州 313000)

摘要 目的:制订鞣酸鱼肝油软膏中鞣酸含量的质控标准。方法:采用锌标准液测定鞣酸,乙二胺四乙酸钠回滴过量锌离子的络合滴定法对鞣酸作含量测定。结果:鞣酸鱼肝油软膏中鞣酸含量平均为4.77%,*RSD* = 2.41%;方法回收率为102.41%,*RSD* = 2.52%。结论:该方法简便、快速、准确;可控制该制剂质量。

关键词 鞣酸鱼肝油软膏;鞣酸;络合滴定法

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2006)02-0099-02

Determination of tannin in tannin-cod liver oil ointment by complexometric titration

SHEN Te-pang, YAO Shui-bao, HUANG Xiao-hua (Huzhou Central Hospital, Huzhou 313000, China)

ABSTRACT **Objctions:** To establish the quality standards of the tannin in tannin-cod liver oil ointment. **Methods:** The content of the tannin was determined by complexometry. **Results:** The equal content of the tannin in ointment was 4.77%, *RSD* was 2.41%. **Conclusion:** These methods are specific and accurate. They can be used as the quality control method for the tannin in tannin-cod liver oil ointment.

KEY WORDS tannin-cod liver oil ointment; tannin; complexometric titration

鞣酸鱼肝油软膏是湖州市中心医院制剂室自行研制的软膏剂,具有收敛、保护皮肤作用,主要用于预防和治疗新生儿尿布皮炎。鞣酸鱼肝油软膏中主要成分是鞣酸,中国药典一部附录中的鞣酸含量测定法(皮粉法)繁琐,误差偏大。笔者采用络合滴定法来测定该软膏中鞣酸含量,操作简便,结果准确。

1 处方和制备

1.1 处方 鞣酸 50.0g,亚硫酸钠 2.0g,羊毛脂 38.0g,清鱼肝油 200mL,蒸馏水 10mL,凡士林加至 1 000g。

1.2 制备 取鞣酸与鱼肝油拌匀,另取亚硫酸钠加水溶解,用羊毛脂混合吸收,凡士林约 820g 加热熔化,加入羊毛脂拌匀,待冷却至室温后,加入鞣酸鱼肝油,搅匀,分装,即得。

2 仪器和试剂

2.1 仪器 隔水式恒温水浴箱;分液漏斗;电分析天平。

2.2 试剂 重蒸水,本院制剂室自制;鞣酸原料药($C_{76}H_{52}O_{46}$),市售;锌标准液(0.05mol/L)、EDTA- Na_2 滴定液(0.05mol/L, $F = 1.044$),湖州市药检所

提供;氯化铵-氨水溶液($pH = 10$)、铬黑 T 指示剂,本室自制。

3 方法和结果

鞣质能与多种金属离子(铅、铜、铋等)生成沉淀,该沉淀为多元酚与金属离子形成的多核络合物,其中锌离子对鞣酸具有较高选择性,能与鞣质 1:1 生成沉淀,且锌极易溶于水。因此,我们可以以水为溶出介质,采用锌标准液(0.05mol/L)作为沉淀剂,过量的锌离子用乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA- Na_2)进行络合,铬黑 T 为指示剂,以间接络合滴定法测定鞣酸含量。每 1mL 锌标准液(0.05mol/L)相当于 8.5 059mg 鞣酸。

3.1 原料药中鞣酸含量的测定 精密称定 2.5g 鞣酸原料药,置 50mL 量瓶中,加水振摇使溶解,以水定容,使成 50mg/mL 的标准溶液。精密移取 0.05mol/L 的锌标准液 10mL,量取氨-氯化铵缓冲溶液($pH = 10$)10mL,同置 100mL 容量瓶中,精密加入 1mL 的鞣酸标准溶液,以水定容至 100mL。振摇,待沉淀稳定后过滤,弃去初滤液,精密吸取续滤液 10mL,置锥形瓶中,加氨-氯化铵缓冲溶液($pH = 10$)10mL,铬黑 T 指示剂适量,用 0.05mol/L 的 EDTA- Na_2 滴定液滴定溶液显蓝绿色,即为终点。同时作空白对照。按下式计算含量:

$$\text{含量}(\%) = (V_{\text{空白}} - V_{\text{样品}}) \times T \times F \times 50 \times 10 \div$$

$$W_{\text{样品}} \div 1000 \times 100\%$$

表1 原料药中鞣酸含量测定结果

原料药(g)	样品消耗 EDTA-Na ₂ (mL)	鞣酸含量(%)	鞣酸平均含量(%)	RSD(%)
2.493 20	0.740	67.67	67.34	1.94
2.498 60	0.740	67.53		
2.502 05	0.730	69.21		
2.500 80	0.745	66.58		
2.499 20	0.750	65.73		

3.2 软膏中鞣酸含量的测定结果 精密称定鞣酸鱼肝油软膏 1g 置锥形瓶中,加 20mL 热水使基质融化、搅拌使鞣酸溶出,转移入分液漏斗。待基质重新凝固,溶液分层后,取下层清液置 100mL 容量瓶中,再用热水分 3 次,每次 10mL 洗涤锥形瓶和分液漏斗,合并下层清液入容量瓶中,精密加入 0.05mol/L 的锌标准液 10mL,并加入氨-氯化铵缓冲溶液(pH

=10)10mL。待容量瓶中溶液冷却至室温后,用蒸馏水定容至 100mL。待沉淀稳定后过滤,弃去初滤液,精密移取续滤液 10mL 置 100mL 锥形瓶中,以下同 3.1 法。并作空白对照。按下式计算含量:

$$\text{含量}(\%) = (V_{\text{空白}} - V_{\text{样品}}) \times T \times F \times 10 \div W_{\text{样品}} \div 1000 \times 100\%$$

表2 软膏中鞣酸含量测定结果

鞣酸软膏(g)	样品消耗 EDTA-Na ₂ (mL)	鞣酸含量(%)	鞣酸平均含量(%)	RSD(%)
1.00 336	0.580	4.96	4.77	2.41
1.00 830	0.605	4.71		
1.00 794	0.610	4.67		
1.00 260	0.600	4.78		
0.99 640	0.610	4.72		

3.3 方法回收率试验 精密称定空白基质 1g,精密移取 1mL 鞣酸原料药标准溶液,以下同 3.2 项

下,测定消耗 0.05mol/L 的 EDTA-Na₂ 滴定液量。并做空白对照,计算回收率。

表3 方法回收率试验结果

空白基质(g)	鞣酸标准液(mL)	样品消耗 EDTA-Na ₂ (mL)	鞣酸含量(%)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1.00 990	1	0.760	67.67	100.49	102.41	2.52
1.00 880	1	0.750	69.45	103.13		
1.01 070	1	0.750	69.45	103.13		
0.99 585	1	0.740	71.23	105.95		
1.00 475	1	0.765	66.78	99.23		

4 讨论

4.1 鞣酸鱼肝油软膏中羊毛脂、鱼肝油、凡士林均不溶于水;亚硫酸钠与沉淀剂、络合剂均不发生反应。采用水溶解后络合滴定测定鞣酸含量,操作简单、结果准确。用本法测定鞣酸原料药中鞣酸含量相当于标示量的 67.34%,RSD 为 1.94%。测定鞣酸鱼肝油软膏中鞣酸含量为 4.77%,RSD 为 2.41%。

4.2 本实验采取热水溶出,冷却基质,分液,多次洗涤等操作步骤。平均回收率 102.41%,RSD 为 2.52%。

4.3 因鞣酸是多元酚,故应在碱性条件下进行沉淀反应;且锌与 EDTA-Na₂ 的络合反应也应在碱性条

件下进行,故本实验采用 pH 为 10 的氯化铵-氨水溶液为反应介质,沉淀稳定,络合完全。

4.4 鞣酸与锌离子发生 1:1 沉淀,鞣酸分子量为 1701.18Da^[1],因此 0.05mol/L 的锌滴定液对鞣酸的滴定度(T)为 8.5059mg/mL。

参考文献:

- [1] 吕湘林,沈珠凤,朱孝芸,等. 植物鞣质的测定方法研究——络合法在鞣质含量测定中的应用[J]. 药学学报,1965,12(3):155.
- [2] 王友茹,陈轶兰,魏振装,等. 五倍子中鞣酸相对含量的间接络合滴定[J]. 军事医学科学院院刊,1994,18(4):34.
- [3] 林秀英,杨 钊,程秀民,等. 紫外分光光度法测定药用鞣酸及其制剂中的含量[J]. 山东医药工业,1994,13(4):18.

收稿日期:2005-03-31