

• 综合报道 •

中药材砷盐检查中常用预处理方法的比较

俞蓉宪 (浙江医院中药房, 杭州 310013)

顾琳娜 (潮州市药品检验所, 潮州 313000)

1990年中国药典(一部)刊载了改良 Getzeit 砷斑法以控制砷盐的限量, 该法的灵敏度为 $1\mu\text{gAs}$, 一般制成 2 ppm 的标准砷斑。

由于砷盐常与样品分子进行不同程度的结合, 如与样品分子形成分子间氢键, 或者“筒状”样品分子结构“包含”了砷离子, 并由于样品干扰砷斑的测定等等, 故在检查中常常需要将样品作一定的预处理, 以除去干扰。预处理的方法取决于样品性质以及砷盐的存在状态, 一般有干法和湿法两大类, 干法包括氢氧化钙法(氧化钙法)碳酸钠熔融法等, 湿法主要有硝酸—硫酸法等。

1 直接测定法^[1]

以水或盐酸将样品溶解后直接制备砷斑, 此类大多数是无机物, 且能溶于水或盐酸, 如玄明粉, 芝硝^[1]等, 亦有少数不溶于水或盐酸的, 但样品与砷盐间的分子作用力较少, 如石膏等, 或以 As_2O_3 形式存在于样品中, 如暑证丸, 雄黄等。

2 氢氧化钙法

氢氧化钙在高温条件下能促使有机物质分解成二氧化碳和水, 并使砷离子转化成焦砷酸钙($\text{Ca}_2\text{As}_2\text{O}_7$), 后者能溶于盐酸, 可供检查之用, 如阿胶。

3 硝酸—硫酸法

本法是较常用的有机质破坏法, 尤其适用于动

物类中药材。其特点是破坏时间短, 有机质破坏完全。需要注意的是在破坏过程中要避免炭化, 若已炭化, 可加无砷发烟硝酸加以处理。反应结束后需加还原剂如草酸钠处理, 以防氮氧化物的干扰。

4 酸处理法

对于亚硝酸盐类及其它强氧化剂的药材, 由于亚硝酸盐类在酸性溶液中可产生硝酸或亚硝酸, 消耗锌粒以及氧化新生态氢, 影响砷化氢的生成, 因此可加稀硫酸先行处理。

含低价的无机硫化物的药材, 由于硫离子可与新生态氢生成硫化氢, 干扰测定, 可加硝酸处理使其转化成 SO_4^{2-} , 然后再测定砷斑。含有铝离子的中药材, 如明矾, 由于铝离子在水中往往会水解成氢氧化铝絮状沉淀, “包含”砷盐, 可先以稀硫酸处理, 破坏絮状沉淀的生成。

中药材往来源广, 成分比较复杂, 因此在砷盐检查中往往可能用一种预处理方法不能完全达到预期的目的, 而是需要多种方法并举, 但是在一般情况下, 如果成分复杂并且难以确定, 可以用干法彻底破坏, 假如尚有一些特殊的物质, 如 Fe^{2+} Sb^{3+} , Sb^{5+} 等, 再进行适当的处理, 以准确地反映出样品中砷盐的真实含量。