

二乙基二硫代氨基甲酸银比色法测定克痢痧胶囊中的砷

朱照祥 (浙江省台州市药品检验所, 台州 317000)

克痢痧胶囊为浙江省药品标准1993年版收载的品种。由雄黄、白芷、硝石、白矾、冰片等药味组成, 具有解毒辟秽, 理气止泻的功能, 用于泄泻、痢疾和痧气(中暑)等症。本文收载DDTC-银比色法测定克痢痧胶囊中的三氧化二砷的含量, 以控制雄黄的量。

1 实验材料

1.1 仪器与试剂

WFZ800-D₂紫外可见分光光度计(北京第二光学仪器厂)。三氧化二砷 化学纯 批号710620

1.2 样品处理

每批试样需进一步粉碎, 全部过6号筛充分混匀后, 置于干燥器内放置4小时后供取样。

2 供试溶液制备

取本品约0.0150g精密称定, 置瓷坩锅中, 用碳酸钾和硫酸钾混合物^[1](5份碳酸钾、3份硫酸钾混合均匀)6g复盖样品, 并盖上坩锅盖, 移至马弗炉中熔融, 升至700℃后再熔融10分钟, 取出放冷, 溶融物用热水浸取过滤至200ml量瓶中, 放置室温加水至刻度备用。

3 标准砷溶液的制备^[2]

按《中国药典1990年版一部》附录44页标准砷溶液的制备项下操作, 临用前, 精密量取贮备液10ml, 置1000ml量瓶中, 加稀硫酸10ml, 用水稀释至刻度摇匀, 即得(每1ml相当于1μg的AS)。

4 标准曲线的制备^[3]

精密吸取标准砷溶液1.25、2.5、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0、30.0、分别置测砷瓶中, 各加入3.5mol/L硫酸溶液20ml, 以蒸馏水补至50ml后各加碘化钾试液5ml, 酸性氯化亚锡试液2ml, 和异丙醇1ml混和, 混合液在室温放置30分钟, 在吸吸管中加入5.0ml二乙基二硫代氨基甲酸银

—三乙醇胺—氯仿溶液, 插入装有乙酸铅棉花的导气管, 迅速向发生器加入已称好的4克无砷锌粒, 立即盖紧瓶塞, 均匀无漏气, 在30±3℃水浴上反应45分钟, 取下吸收器, 用溶剂将吸收液补至5.0ml, 迅速在分光光度计上, 用1cm的比色杯, 在波长535nm处, 以试剂为空白为参比液, 测定其吸收度, 以吸收度为纵坐标, 浓度为横坐标, 进行直线回归, 得回归方程。

$$Y = 0.0112 + 0.0266x \quad r = 0.9999$$

5 样品测定

取供试样品液5ml, 移置测砷瓶中, 自各加3.5mol/L硫酸溶液20ml起, 下述操作与上述标准曲线的制备方法相同, 结果见表1。

6 加样回收率试验

取未加雄黄的模拟样品中加入一定量的雄黄, 照上述供试液制备所得溶融物加热水浸取过滤至1000ml量瓶中, 放置至室温加水至刻度, 再从上述溶液中吸取10ml稀释至100ml, 取15ml测定, 以所测平均值作为真实值计算6次平均回收率, RSD(%)为0.94

7 讨论

DDTC-银比色法不能直接测定克痢痧胶囊中雄黄的砷, 因此需经上述供试品溶液制备方法分解雄黄, 使砷形成硫代砷酸盐, 能溶于水, 因此溶融物加热水浸取转移至量瓶过程中, 避免因转移而造成损失。另则在加锌粒过程中, 立即盖紧瓶塞、瓶塞最好涂一层极薄的凡士林使瓶塞均匀而无漏气。

从测定结果看, 用本法测定克痢痧胶囊含砷量为5.19—5.29%间, 换算成雄黄含量为7.89—8.02%间, RSD为0.37—1.23%。本文方法可作为测定克痢痧胶囊中砷的含量, 并可控制雄黄的量。

表1 样品测定结果

批 号	编 号	取 样 量 (g)	吸 收 度	砷 含 量	雄 黄 含 量	平均含量(%)		RSD(%)	
						砷	雄 黄	砷	雄 黄
890818	1	0.0173	0.6137	5.2371	7.96	5.2402	7.96	0.99	0.94
	2	0.0156	0.5496	5.1899	7.89				
	3	0.0134	0.4829	5.2935	8.04				
910405	1	0.0127	0.4537	5.2395	7.96	5.2902	8.04	1.23	1.25
	2	0.0130	0.4666	5.2678	8.00				
	3	0.0117	0.4285	5.3634	8.15				
910610	1	0.0127	0.4555	5.2608	7.99	5.2797	8.02	0.37	0.37
	2	0.0122	0.4394	5.2779	8.02				
	3	0.0125	0.4518	5.3005	8.05				
910708	1	0.0135	0.4745	5.1607	7.84	5.1945	7.89	0.93	0.96
	2	0.0114	0.4092	5.2500	7.98				
	3	0.0125	0.4412	5.1729	7.86				
$\bar{x}$						5.2512	7.98	0.88	0.88

参 考 文 献

- 1 冯树屏著, 砷的分析化学, 中国环境科学出版社, 14。
- 2 卫生部药典会, 中华人民共和国药典(一部)1990

年版附录, 44。

- 3 国家医药管理局(美国药典前言附录, 第21版中择本, 上册, 244。
- 4 《有机浮选药剂分析》编著组, 有机浮选药剂分析, 308。