

原子吸收分光光度法测定炉甘石洗剂中氧化锌的含量

冯振兴, 陈祝军(江苏省张家港市疾病预防控制中心, 江苏 张家港 215600)

摘要: 目的 建立原子吸收分光光度法测定炉甘石洗剂中氧化锌含量的方法。方法 应用原子吸收分光光度法进行测定, 采用标准曲线法计算样品含量。结果 样品平均回收率为 99.94%, RSD 为 0.51%。结论 方法准确、简便、可靠, 可作为该药的质量控制方法。

关键词: 原子吸收分光光度法; 炉甘石洗剂; 氧化锌; 含量测定

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)09-0844-03

作者简介: 冯振兴, 男, 副主任药师 Tel: (0512)58152907 E-mail: _fzxzjgcdc@sina.com

Detecting the Content of Zinc Oxide in Calamine Lotion by Atomic Absorption Spectrometry

FENG Zhenxing, CHEN Zhujun(Zhangjiagang Center for Disease Control and Prevention, Zhangjiagang 215600, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish the method of detecting the content of zinc oxide in calamine lotion by atomic absorption spectrometry(AAS). **METHODS** AAS was used to perform the detection with standard curve method. **RESULTS** The average recovery rate of sample was 99.94% with RSD 0.51%. **CONCLUSION** AAS is accurate, simple and reliable for detecting zinc oxide in calamine lotion, and could be used as the quality control method of calamine lotion.

KEY WORDS: AAS; calamine lotion; zinc oxide; content detection

炉甘石洗剂为卫生部颁药品标准二部第五册收载的制剂^[1],其含量测定方法用络合滴定法,测定易产生误差^[2],而用原子吸收分光光度法测定其含量,灵敏度高,检测限小,干扰少,操作简单快捷^[3],结果稳定,可靠。

1 仪器与材料

AA-800 原子吸收分光光度计(美国 PE 公司);氧化锌(潍坊金钟化工有限公司,批号:20080615,含量:99.8%);炉甘石洗剂(常熟市星海制药有限公司,批号:20081002,20090302,20090808);甘油(湖南尔康制药有限公司,批号:20090106)。硫酸为优级纯。

2 方法

2.1 实验条件

测定波长:213.9 nm;灯电流:5 mA;狭缝宽度:2 nm;火焰:空气-乙炔;仪器模式:吸光度;测量模式:积分;背景校正:氘灯。

2.2 对照品溶液制备

精密称取氧化锌 0.500 0 g,置 1 000 mL 量瓶中,加稀硫酸至恰溶解,用水稀释至刻度,摇匀;精密移取 10.00 mL,置 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00 mL 分别置 5 个 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,配成含氧化锌 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的标准液,照中国药典 2005 版二部附录 IV^[4],于 213.9 nm^[5]处测定吸收度。以吸收度 A 为纵坐标,浓度 C 为横坐标,得线性方程: $A=0.171\ 2C+0.000\ 3$, $r=0.999\ 8$ 。

2.3 供试品溶液的制备

取炉甘石洗剂,摇匀后,精密移取 5.00 mL,置 1 000 mL 量瓶中,用水洗涤吸管内壁 3 次,洗液并入量瓶中,加稀硫酸至恰溶解,加水稀释至刻度,摇匀,精密移取 10.00 mL,置 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。再量移该溶液 2.00 mL,

置 50 mL 量瓶中,加水并稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。

2.4 阴性空白对照试验

按照卫生部颁药品标准二部第五册炉甘石洗剂的配制方法,取甘油 50 mL,加水适量,溶解并定容至 1 000 mL,配制成炉甘石洗剂阴性空白对照品。再精密移取阴性空白对照品 5.00 mL,置 1 000 mL 量瓶中,用水洗涤吸管内壁 3 次,洗液并入量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密移取 10.00 mL,置 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。再量移该溶液 2.00 mL,置 50 mL 量瓶中,加水并稀释至刻度,摇匀,即得阴性空白对照品溶液。经测定,阴性空白对照品溶液吸光度平均值为 $A=0.001$, $SD=0.000\ 4(n=12)$,说明阴性空白对照品对样品中氧化锌的测定无干扰。

2.5 溶液稳定性试验

取含氧化锌浓度为 $3.00\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的标准品溶液 1 份,在 213.9 nm 波长处,每 30 min 测定 1 次,结果表明该方法 120 min 内稳定。

2.6 精密度试验

取批号为 20090808 的炉甘石洗剂摇匀后,按照“2.3”项下方法制备,取样品溶液 6 份,于 213.9 nm 波长处测定吸收度,得含量平均值为 13.70%,RSD 为 0.34%。

2.7 加样回收率试验

取炉甘石洗剂,摇匀后,精密移取 5.00 mL,置 1 000 mL 量瓶中,用水洗涤吸管内壁 3 次,洗液并入量瓶中,加稀硫酸至恰溶解,再加水稀释至刻度,摇匀,精密移取 10.00 mL,置 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。分别移取该溶液 2.00 mL,置 9 只 100 mL 量瓶中作为本底,加入 1.10, 1.40, 1.70 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的氧化锌标样各 1.00 mL,分别测定样品加标后的值,每个样品测定 6 次,取平均值计算其回收率和精密度,结果见表 1。

表 1 回收率试验

Tab 1 Test of recovery rate

原有氧化锌/ μg	加入氧化锌/ μg	回收量/ μg	回收率/ %	平均 回收率/%	RSD/ %
1.37	1.10	1.09	99.10		
1.37	1.10	1.10	100.00		
1.37	1.10	1.09	99.10		
1.37	1.40	1.40	100.00		
1.37	1.40	1.40	100.00	99.94	0.51
1.37	1.40	1.41	100.70		
1.37	1.70	1.71	100.60		
1.37	1.70	1.70	100.00		
1.37	1.70	1.69	99.41		

3 样品测定

3.1 原子吸收分光光度法测定

取批号为 20081002, 20090302, 20090808 的炉甘石洗剂摇匀后, 精密移取 5.00 mL, 置于 1 000 mL 量瓶中, 用水洗涤吸管内壁 3 次, 洗液并入量瓶中, 加稀硫酸至恰溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀; 精密移取 10.00 mL, 置 1 000 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。再移取该溶液 2.00 mL, 置 6 只 50 mL 量瓶中, 加水并稀释至刻度, 摇匀, 于 213.9 nm 处测定吸收度, 计算含量, 结果见表 2。

表 2 原子吸收分光光度法测定样品含量(n=6)

Tab 2 Determine the content of sample by AAS(n=6)

批号	含量/%	RSD/%
20081002	13.71	0.44
20090302	13.75	0.48
20090808	13.70	0.34

3.2 络合滴定法

取批号为 20081002, 20090302, 20090808 的

炉甘石洗剂, 按部颁药品标准二部第五册, 炉甘石洗剂含量测定方法进行测定, 结果见表 3。

表 3 络合滴定法测定样品含量(n=3)

Tab 3 Determine the content of sample by complexometric titration(n=3)

批号	含量/%	RSD/%
20081002	13.45	2.80
20090302	13.85	2.20
20090808	13.60	2.50

4 讨论

炉甘石洗剂含量测量前应摇匀, 移取炉甘石洗剂的吸管内壁也应用水洗涤, 否则所测含量偏低。

由表 2 及表 3 可见, 络合滴定法干扰因素较多, 以指示剂颜色转变来判定滴定终点, 操作误差大, 精密度低。

采用原子吸收分光光度法测定炉甘石洗剂中氧化锌的含量, 方法简单、快捷、准确, 可同时完成多批量样品的测定, 提高了工作效率。

REFERENCES

[1] Drug Standards of Ministry of Public Health-VOL II (the Fifth)(卫生部药品标准二部第五册) [S]. 1990: 43.
[2] SUN Y Q. Analytical Chemistry(分析化学) [M]. 4th ed. Beijing: People's Health Publisher, 2002: 402.
[3] NI K Y. Instrument Analysis(仪器分析) [M]. Nanjing: Southeast China University Press, 2003: 126.
[4] Ch.P (2005) Vol II(中国药典 2005 年版.二部) [S]. 2005: Appendix 24-25.
[5] State Standards of People's Republic of China, GB/T 5009.14-2003(中华人民共和国国家标准) [S]. 2003: 105.

收稿日期: 2010-01-12