

碘单质对含碘制剂中酸含量滴定影响的研究

王新宇*,杜朝辉,张金凤,蒋 晔*(河北医科大学药学院,石家庄 050017)

中图分类号 R613.44 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)12-1686-04
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.12.34

摘要 目的:研究碘单质(I₂)对含碘制剂中酸含量滴定的影响,并建立消除I₂影响的方法以准确测定其中总酸含量。方法:以甲癣涂剂为例,滴定分析前用硫化钠(Na₂S)还原制剂中的I₂,并与传统滴定方法进行对比。根据两种方法所消耗的氢氧化钠滴定液体积的不同,探讨I₂对含碘制剂中总酸含量滴定的影响。结果:采用Na₂S还原法可消除I₂的影响,指示剂变色敏锐,测定的总酸含量与理论值相同。甲癣涂剂的总酸检测摩尔浓度线性范围为3.926~7.290 mol/ml($r=0.999\ 9$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD<0.04%;总酸回收率为99.91%~100.10%,RSD=0.036%($n=9$)。结论:I₂对含碘制剂中酸含量滴定结果有影响,I₂在滴定过程中发生歧化反应生成碘化氢可干扰滴定结果,同时生成的次碘酸还可氧化指示剂,使得滴定终点不敏锐甚至不变色。利用Na₂S还原制剂中的I₂可消除其对制剂酸含量滴定结果的影响,提高测定含碘制剂中酸含量方法的精密性和重复性,并使测定结果准确、可靠。

关键词 碘单质;酸含量测定;滴定;硫化钠;影响

Study on the Effect of Iodine on the Acid Content Titration in Preparations

WANG Xinyu, DU Chaohui, ZHANG Jinfeng, JIANG Ye (School of Pharmacy, Hebei Medical University, Shijiazhuang 050017, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study on the effect of iodine (I₂) on the acid content titration in the preparations, and establish a method of eliminating I₂ for accurate determination of total acid content. METHODS: Taking an example of Onychomycosis paint, I₂ was reduced by sodium sulfide (Na₂S) before titration analysis and compared with the standard method of traditional titration. According to the two methods of consumption of different sodium hydrate (NaOH) volume, the effect of I₂ on the determination of total acid content in preparation was explored. RESULTS: Reduction method of Na₂S can eliminate the effect of I₂, the color of indicator changed acutely. The determined total acid and theoretical values were the same; the linear range of the concentration of total acid in onychomycosis paint was 3.926-7.290 mol/ml ($r=0.999\ 9$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were no more than 0.04%; average recovery was 99.91%-100.10% (RSD=0.036%, $n=6$). CONCLUSIONS: I₂ has effect on the determination of total acid content, the disproportion reaction of I₂ can generate hydriodic acid that can interfere acid-base titration's results, and the generated hydriodic acid can oxidize indicator to make the end point is not sensitive or even invariant color. Using Na₂S can eliminate the effect of iodine on the preparation of acid titration, which has improved precision and reproducibility with accurate and reliable determination results.

KEYWORDS Iodine; Determination of acid content; Titration; Sodium sulfide; Effect

含碘制剂是传统的医用消毒剂,特别是含碘的复方溶液剂除具有良好的消毒杀菌作用外,还可用于治疗手、足甲癣等疾患,是医院常用的外用制剂,收载于各类医疗机构的制剂规范或标准中^[1-3]。这些复方制剂中除含有碘单质(I₂)作为活性成分外,通常还含有其他酸性活性成分,如冰醋酸、水杨酸等^[2],其酸含量通常采用酸碱滴定法测定,以总酸含量作为检测指标^[2]。使用酸碱滴定法测定总酸含量时,样品通常未经处理直接滴定,常常发现滴定终点不易观察、回收率偏高、重复性差等问题,产生这些问题的原因及处理方法目前尚未见报道。本研究就I₂对含碘制剂中酸含量滴定的影响进行了探索,并以传统含碘制剂——甲癣涂剂为代表,建立消除I₂影响的方法,为该类含碘制剂中酸含量测定提供合理可行的解决方案。

1 材料

1.1 仪器

* 本科生。研究方向:药物质量的研究与控制。电话:0311-86266069

通信作者:教授,博士。研究方向:药物质量的研究与控制。E-mail:jiangye@hebm.edu.cn

BP211D型十万分之一电子天平(德国Sartorius公司);GZX-DH30A型干燥箱(上海玺恒实业有限公司);酸式滴定管、锥形瓶、移液管、量筒(河间市天宫玻璃仪器厂)。

1.2 试剂

邻苯二甲酸氢钾(基准试剂,宜兴阿拉丁化工贸易有限公司,批号:20130330,纯度≥99.95%);二甲基亚砷(上海研生实业有限公司,批号:60976490)、冰醋酸(上海金锦乐实业有限公司,批号:2005807)、水杨酸(上海金锦乐实业有限公司,批号:2007123)、I₂(自贡红鹤制药有限公司,批号:20020701)、碘化钾(山东博苑医药化学有限公司,批号:2316594)、酚酞(沈阳试三生化科技开发有限公司,批号:2010047)、乙醇(上海方野化工有限公司,批号:2005786)、氢氧化钠(NaOH)(济南春禄福商贸有限公司,批号:2151855)均为分析纯,水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 甲癣涂剂^[2] 精密称取水杨酸1 g,精密量取冰醋酸6 ml、二甲基亚砷5 ml,置于同一50 ml烧杯中,搅拌使溶解并混匀,作为1号溶液;另精密称取0.54 g碘化钾置于10 ml烧杯

中,加适量水溶解,再精密加入 I_2 0.9 g,搅拌使溶解并混匀,作为2号溶液。将1号溶液与2号溶液混匀后,加水稀释至20 ml,搅匀,即得。

2.1.2 阴性对照溶液 精密称取水杨酸1 g,精密量取冰醋酸6 ml、二甲基亚砜5 ml,置于同一50 ml烧杯中,搅拌使溶解并混匀,作为1号溶液;另精密称取0.54 g碘化钾置于10 ml烧杯中,加适量水溶解并混匀,作为2号溶液。将1号溶液与2号溶液混匀后,加水稀释至20 ml,搅匀,即得。

2.2 NaOH 滴定液的制备^[4]

2.2.1 配制 取NaOH适量,置于100 ml量瓶中,加水溶解并振摇呈饱和溶液,冷却至室温,置于聚乙烯塑料瓶中,静置数日,澄清后备用;取澄清的NaOH饱和溶液28 ml,置于1 000 ml量瓶中,加新沸过冷却至室温的水定容,摇匀,备用。

2.2.2 标定 取在105℃干燥箱中干燥至恒质量的邻苯二甲酸氢钾约3 g,精密称定,置于150 ml锥形瓶中,加新沸过冷却至室温的水50 ml,振摇使其溶解;加酚酞指示剂2滴,再用“2.2.1”项下配制的NaOH滴定液进行滴定,滴定至溶液显粉红色,记录所使用的NaOH滴定液体积,再根据邻苯二甲酸氢钾称样量和消耗的NaOH滴定液体积,计算NaOH滴定液浓度。平行试验3次,得NaOH滴定液的平均摩尔浓度为0.498 8 mol/ml。

2.3 还原剂硫化钠(Na_2S)的制备^[4]

精密称取 Na_2S 2.5 g,置于100 ml锥形瓶中,加入新沸过冷却至室温的水50 ml,振摇使其溶解,即得5%的 Na_2S 溶液。

2.4 酚酞指示剂的制备^[4]

精密称取酚酞1 g,置于150 ml锥形瓶中,加乙醇溶解并稀释至100 ml,摇匀,即得1%酚酞指示剂。

2.5 传统滴定方法测定甲癣涂剂中总酸含量

含碘制剂总酸含量按《中国人民解放军医疗机构制剂规范》中规定的方法^[2]进行测定。精密量取“2.1.1”项下制备的甲癣涂剂2 ml,置于250 ml锥形瓶中,加水20 ml,摇匀,即为待测溶液。滴加酚酞指示液3滴,再用NaOH滴定液滴定待测溶液至溶液呈粉红色,记录消耗的NaOH滴定液体积。

滴定过程中,溶液颜色变化为红棕色-黄褐色-浅紫色-浅紫红色,滴定终点颜色变化不明显。为了便于观测滴定终点,在临近滴定终点时,向待测液中补加酚酞2~3滴,这使得滴定终点颜色变化较之前稍明显。但是,对滴定终点的判断和识别仍有很大的困难,这就造成了滴定不准确、结果误差大、重复性差等问题。总酸回收率见表1。结果表明,传统滴定法得到的总酸回收率偏高^[9]。出现此种现象,可能是由于滴定过程受 I_2 的影响。首先,碘溶液为黄棕色,可能会影响滴定终点的判断;其次,在滴定过程中,溶液的pH逐渐升高,当pH上升至9时, I_2 会与NaOH反应发生歧化反应生成次碘酸(HIO)($I_2 + NaOH = NaI + HIO$),这就会增加滴定液的消耗量,导致测定结果偏高;此外,歧化生成的HIO可能会氧化酚酞,破坏其分子结构,使其无法发挥指示剂作用,导致终点处溶液颜色变化不明显。

2.6 I_2 对总酸含量测定影响的探究

为验证 I_2 是否对总酸含量测定有影响,按照甲癣涂剂处方要求和“2.1.2”项下方法制备不含 I_2 的阴性对照溶液,按“2.5”项下方法测定总酸含量,并与“2.5”项下甲癣涂剂测定结果进行比较(见表2)。结果,阴性对照溶液在滴定终点时由无色变为粉红色,颜色变化明显,可准确判断滴定终点,且与甲癣涂剂相比,其回收率更接近真实值(100%)。由此可以判定, I_2 对总酸含量测定会产生影响。由于制剂规范中规定的方法未考

表1 总酸回收率($n=6$)

Tab 1 Results of recovery of total acid($n=6$)

理论含H ⁺ 浓度, mol/ml	测得H ⁺ 浓度, mol/ml	回收率, %	平均回收率, %	RSD, %
0.005 608	0.005 782	103.10		
0.005 608	0.005 849	104.29		
0.005 608	0.005 720	101.99	103.18	0.87
0.005 608	0.005 838	104.10		
0.005 608	0.005 726	102.10		
0.005 608	0.005 804	103.49		

虑到 I_2 对测定结果的影响,导致试验结果不准确、重复性差。因此,需对制剂规范中规定的方法进行改进,即在滴定前先去制剂中的 I_2 ,然后再用NaOH滴定液进行滴定。

表2 消耗NaOH滴定液体积及总酸回收率的比较($n=6$)

Tab 2 Comparison of volume and recovery used from the of NaOH titration between the 2 preparations($n=6$)

甲癣涂剂			阴性对照溶液		
消耗NaOH滴定液体积, ml	回收率, %	RSD, %	消耗NaOH滴定液体积, ml	回收率, %	RSD, %
23.17	103.02		22.47	99.97	
23.44	104.22		22.47	99.97	
22.94	102.00	0.85	22.49	100.00	
23.39	104.00		22.47	99.97	0.05
22.94	102.00		22.46	99.92	
23.23	103.29		22.49	100.10	

2.7 I_2 对总酸含量测定影响的消除方法

常用来还原 I_2 的试剂有硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)、硫化铜(Cu_2S)、 Na_2S 。笔者对这3种试剂进行了对比,结果发现, $Na_2S_2O_3$ 、 Cu_2S 均对试验结果有干扰,无法得到准确的结果;而使用 Na_2S ,可获得准确的结果。因此,本试验最终选定 Na_2S 作为还原 I_2 的试剂。

2.8 改进方法

2.8.1 改进方法试验 取“2.1.1”项下制备的甲癣涂剂2 ml,置于250 ml锥形瓶中,加水20 ml,摇匀,作为待测溶液;滴加 Na_2S 溶液作为还原剂,滴至甲癣涂剂待测溶液颜色由红棕色变至微黄色;滴加酚酞指示剂3滴,用NaOH滴定液滴至粉红色,记录NaOH滴定液消耗的体积,重复测定6次。改进方法测得的总酸回收率见表3。改进方法在传统滴定方法的基础上,在滴定前先向待测溶液中加入还原剂 Na_2S ,将制剂中的 I_2 还原,再进行滴定。临近滴定终点时溶液颜色由微黄色变为粉红色,颜色变化明显易于判断。根据NaOH滴定液的消耗体积,计算待测溶液中总酸含量,并与其理论值进行比较,回收率更接近100%。

表3 改进方法测得的总酸回收率($n=6$)

Tab 3 Results of recovery test of total acid by improved method($n=6$)

理论含H ⁺ 浓度, mol/ml	测得H ⁺ 浓度, mol/ml	回收率, %	平均回收率, %	RSD, %
0.005 608	0.005 606	99.97		
0.005 608	0.005 608	100.00		
0.005 608	0.005 604	99.92	99.97	0.03
0.005 608	0.005 606	99.97		
0.005 608	0.005 606	99.97		
0.005 608	0.005 609	100.01		

2.8.2 线性关系考察 分别精密称取水杨酸0.35、0.40、0.50、0.60、0.65 g,精密量取冰醋酸2.1、2.4、3.0、3.6、3.9 ml,分别置于10 ml量瓶中,加水溶解并定容,混匀,再分别按“2.8.1”项下步骤操作,记录所消耗NaOH滴定液的体积。以总酸摩尔浓度(x , mol/ml)为横坐标、消耗的NaOH滴定液体积(y)为纵坐标

进行线性回归,得回归方程 $y=4\ 016x-2.299\ 7(r=0.999\ 9)$ 。结果表明,甲癣涂剂的总酸检测摩尔浓度线性范围为 $3.926\sim 7.290\ \text{mol/ml}$ 。

2.8.3 精密密度试验 精密量取“2.1.1”项下制备的甲癣涂剂适量,按“2.8.1”项下步骤操作,重复测定6次,记录消耗的NaOH滴定液体积,以消耗的NaOH滴定液体积计算精密密度。结果,总酸含量的RSD=0.03% ($n=6$),表明仪器精密密度良好,详见表4。

表4 总酸含量测定的精密密度试验结果($n=6$)

Tab 4 Results of precision test of total acid ($n=6$)

理论含H ₂ 总 量,mol/ml	消耗NaOH滴 定液体积,ml	测得总酸含 量,mol/ml	回收率, %	平均回收 率,%	RSD, %
0.005 608	22.48	0.005 607	99.98		
0.005 608	22.49	0.005 609	100.00		
0.005 608	22.49	0.005 609	100.00	99.98	0.03
0.005 608	22.49	0.005 609	100.00		
0.005 608	22.47	0.005 604	99.92		
0.005 608	22.48	0.005 607	99.98		

2.8.4 稳定性试验 精密量取“2.1.1”项下制备的甲癣涂剂适量,于室温(25℃)下分别放置0、3、6、12、24 h时按“2.8.1”项下步骤进行测定,记录消耗的NaOH滴定液体积并计算RSD。结果,总酸含量的RSD=0.03% ($n=5$),表明甲癣涂剂待测溶液在室温(25℃)下24 h内稳定性良好。

2.8.5 重复性试验 精密量取“2.1.1”项下制备的甲癣涂剂适量,共6份,分别按“2.8.1”项下步骤进行测定,记录消耗的NaOH滴定液体积并计算RSD。结果,总酸含量的RSD=0.04% ($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.8.6 回收率试验 分别精密称取水杨酸0.40、0.50、0.60 g,各3份,分别精密量取冰醋酸2.4、3.0、3.6 ml,各3份,按“2.1.1”项下方法制备供试品溶液,即总酸含量为甲癣涂剂处方量的80%、100%、120%的溶液,各3份,再按“2.8.1”项下步骤进行测定,计算回收率,结果见表5。

表5 总酸回收率试验结果($n=9$)

Tab 5 Results of recovery test of total acid ($n=9$)

加入量,mol/ml	测得量,mol/ml	回收率, %	平均回收率, %	RSD, %
0.004 486	0.004 484	99.96		
	0.004 482	99.91		
	0.004 484	99.96		
0.005 608	0.005 607	99.98		
	0.005 604	99.93	99.97	0.04
	0.005 609	100.00		
0.006 729	0.006 726	99.96		
	0.006 729	100.00		
	0.006 734	100.10		

3 讨论

3.1 I₂对含碘制剂中酸含量滴定结果的影响

已知滴定反应为:



通过试验数据计算可得,在滴定终点时溶液pH ≈ 9.1 。已知I₂在pH $> 9^{[9,6]}$ 时会发生歧化反应: $\text{I}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{HI} + \text{HIO}$ (pH > 9 , $\text{p}K_a\text{HI} = 0.77$, $\text{p}K_a\text{HIO} = 10.64$)。根据甲癣涂剂的处方量^[2]计算,2 ml的甲癣涂剂中I₂含量为 $3.54 \times 10^{-4}\ \text{mol}$,经计算在滴定终点时得 $\text{CHI} \cdot \text{KaHI} > 10^{-8}$ 、 $\text{CHIO} \cdot \text{KaHIO} < 10^{-8}$,因此歧化反应生成的HIO未消耗NaOH,而碘化氢(HI)参与了NaOH的消耗,被滴定成碘化钠(NaI),所消耗的NaOH物质的量应为 $3.54 \times 10^{-4}\ \text{mol}$,折算成0.5 mol/L NaOH溶液约为0.71 ml。“2.6”项下的试验部分使用传统方法对甲癣涂剂待测溶液和

阴性对照溶液进行了测定,数据表明,正常含碘的甲癣涂剂比不含碘的阴性对照溶液平均多消耗0.71 ml的NaOH,这与推导结论相符。由此可知,I₂在变色终点时确实发生了歧化反应,影响了总酸的含量测定。

此外,由于I₂的存在,在临近终点时生成的HIO具有较强的氧化性,可破坏指示剂的结构,以致在试验中需要补充指示剂,从而干扰滴定终点观察,造成结果重复性极差。因此,可以证实传统方法存在弊端,而改进方法滴定终点便于观察,重复性良好。

3.2 去除I₂方法的选择

为消除I₂对含碘制剂中总酸含量测定的干扰,常采用两种方法,即物理分离法与化学法。物理分离法通常是指采取有机溶剂萃取I₂的方法^[7-9];而化学法是指使用还原剂还原I₂的方法^[10]。

(1)物理分离法。试验中所选择的萃取I₂的有机溶剂应既能萃取I₂又不影响制剂中总酸的含量测定。四氯化碳是一种非极性物质,与水互不混溶,I₂在其中极易溶解,溶解度是I₂在水中溶解度的85倍,因此四氯化碳可以很好地将I₂从水基中萃取出来;且含碘制剂中含有的水杨酸、冰醋酸不溶于四氯化碳,故可选用四氯化碳作萃取溶剂。但若萃取后直接滴定,四氯化碳层的紫色完全消失^[6],说明四氯化碳层中的I₂也消耗了碱。若萃取I₂后将四氯化碳分离,操作步骤复杂,且含碘制剂中醋酸不稳定易挥发,增加了测量误差;此外,四氯化碳毒性大,因此不采用此种方法。

(2)化学法。I₂具有氧化性,可以通过选择合适的还原剂,将其还原成碘离子,从而消除I₂对含碘制剂中总酸含量测定的干扰。在本研究中,选择的还原剂应具备两个条件:①能还原I₂生成不影响终点判断的物质;②不产生碱性物质消耗制剂中的酸。常用来还原I₂的制剂有Na₂S₂O₃、Cu₂S和Na₂S。Na₂S₂O₃与I₂的反应需在酸性条件下进行,且Na₂S₂O₃溶液在配制过程中为增加其稳定性加入了一定量的Na₂CO₃,会消耗制剂中的酸造成误差;Cu₂S与I₂反应生成CuI使溶液颜色加深,滴定终点判断困难;而Na₂S可与I₂发生氧化还原反应($\text{Na}_2\text{S} + \text{I}_2 = 2\text{NaI} + \text{S}$),且产物颜色(S为淡黄色)不影响滴定终点判定。因此,在改进方法中,选用Na₂S还原制剂中的I₂。

3.3 Na₂S用量的探究

因为还原剂Na₂S溶液呈碱性,如果添加过量会消耗制剂中的酸性成分,因此在添加时要对其用量进行控制。通过查找资料发现,I₂溶液为淡黄色时,其浓度为 $2.5 \times 10^{-5}\ \text{mol/ml}^{[3]}$,此浓度很小不会对酸测定产生影响。因此,在滴定分析前用Na₂S试剂将待测溶液由红棕色滴至淡黄色,既保证Na₂S试剂可消除I₂的影响又不过量。

4 结语

由于I₂在碱性环境下发生歧化反应生成HI和HIO,HI能进一步消耗碱液,HIO则具有较强的氧化性,可破坏指示剂的结构;且I₂自身的颜色也会影响滴定终点判定。因此,I₂对含碘制剂中酸含量滴定结果有影响,而通常使用的测定方法^[11-12]未考虑到制剂中I₂的影响,造成试验结果误差大、重复性差。

本研究以甲癣涂剂为例,滴定前用Na₂S试剂还原制剂中的I₂,避免了I₂对总酸含量测定的干扰,证实了改进后的方法更为准确、可靠。该方法可为准确测定含碘制剂中总酸含量提供参考。

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部药政局.中国医院制剂规范[M].2

麝香祛痛搽剂的质量标准提高研究

张楠*,雷成康(西安市食品药品检验所,西安 710054)

中图分类号 R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)12-1689-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.12.35

摘要 目的:优化和提高麝香祛痛搽剂的质量标准。方法:采用薄层色谱(TLC)法对制剂中龙血竭、地黄进行定性鉴别。测定制剂总固体和醚溶性提取物的质量分数。采用气相色谱法测定制剂中麝香酮的含量;色谱柱为 Thermo-TG-WAXMS 毛细管柱,采用程序升温,检测器为氢火焰离子化检测器,检测器温度为 250 ℃,进样口温度为 200 ℃,载气为高纯氮气,流速为 1.0 ml/min,分流比为 5:1,进样量为 1 μl。结果:龙血竭、地黄的 TLC 图斑点清晰,分离度好。各批样品总固体≥0.6%,醚溶性提取物≥3.0%。麝香酮检测质量浓度线性范围为 15.21~243.36 μg/ml($r=0.999\ 8$);精密度、稳定性、重复性试验的 RSD<2%;加样回收率为 97.70%~99.63%(RSD=0.78%, $n=6$)。结论:经优化和提高了的标准可用于麝香祛痛搽剂的质量控制。

关键词 麝香祛痛搽剂;质量标准;提高;薄层色谱法;气相色谱法

Study on the Quality Standard of Shexiang Qutong Liniment

ZHANG Nan, LEI Chengkang(Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710054, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To improve the quality standard of Shexiang qutong liniment. METHODS: TLC was used for qualitative identification of Resina draconis and Rehmannia. The determination of total solids and ether-soluble extracts in the preparation was detected. GC was used for the content determination of muscone: the column was Thermo-TG-WAXMS capillary column by programmed temperature, the detector was FID detector, the detector temperature was 250 ℃, inlet temperature was 200 ℃, carrier gas was high purity nitrogen at a flow rate of 1.0 ml/min, split ratio was 5:1, and the injection volume was 1 μl. RESULTS: The TLC pots of R.draconis and Rehmannia were clear with good separation. The total solids in preparations were not less than 0.6%, and extracts were not less than 3.0%. The linear range of muscone concentration was 15.21-243.36 μg/ml($r=0.999\ 8$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2%; recovery was 97.70%-99.63%(RSD=0.78%, $n=6$). CONCLUSIONS: The established method can be used for the quality control of Shexiang qutong liniment.

KEYWORDS Shexiang qutong liniment; Quality standard; Improvement; TLC; GC

麝香祛痛搽剂收载于 2010 年版和 2015 年版《中国药典》,由人工麝香、红花、龙血竭、地黄、樟脑等 9 味药材组方而成。现行标准对其中樟脑、冰片、薄荷脑进行了定性鉴别和含量测定,而对其中含量较大且作用较强的地黄、龙血竭和人工麝香尚未建立有效的质控项目;另外,检查项中只对乙醇量进行了控制^[1]。笔者认为该标准在控制制剂质量方面有一定缺陷,因此对该标准进行了优化和提高研究,在鉴别项中增加了龙血竭、地黄的薄层色谱(TLC)法鉴别,检查项中增加了总固体、醚溶性提取物的测定,并将麝香酮的定性鉴别改为含量测定,经

优化和提高了的标准可用于麝香祛痛搽剂的质量控制。

1 材料

1.1 仪器

7890 型气相色谱仪,包括氢火焰离子化检测器、ChemStation 色谱工作站(美国 Agilent 公司); BT25S 型电子天平(德国 Sartorius 公司)。

1.2 药品与试剂

麝香祛痛搽剂(武汉马应龙药业集团股份有限公司,批号:140319、131203,规格:56 ml/瓶;黑龙江天龙药业有限公

版.北京:中国医药科技出版社,1995:108-109.
[2] 解放军总后勤部卫生部.中国人民解放军医疗机构制剂规范[M].北京:人民军医出版社,2003:143-144.
[3] 刘文明,王应红,万东海.海带中碘的简单检验和提取方法[J].化学教与学,2013(12):94.
[4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:二部[S].2010 年版.北京:中国医药科技出版社,2010:附录 170.
[5] 杭太俊,于治国,范国荣.药物分析[M].7 版.北京:人民卫生出版社,2013:41.
[6] 孙毓庆.分析化学[M].2 版.北京:科学出版社,2006:139.
[7] 代允,周婷婷,毕琴,等.溶剂萃取回收 4-溴-2-氟碘苯萃取水中的碘[J].环境科学与技术,2012,35(4):165.

[8] 张嘉莹.药用基础化学萃取试验的改进[J].广东化工,2012,39(3):231.
[9] 伏劲松,李树伟,彭蜀晋,等.一种新的海带提取碘的试验方法探析[J].化学教学,2015(1):49.
[10] 盖利岗,段秀全,姜海辉,等.电位滴定-双氧水氧化法从海带中提取碘[J].无机盐工业,2011,43(1):52.
[11] 胡晓波,谭蓉,饶丹.甲癣涂剂的稳定性[J].中国医院药学杂志,2005,25(10):978.
[12] 王劲,杨天燕.甲癣涂剂的制备及疗效观察[J].制剂技术,2003,12(7):42.

(收稿日期:2015-05-10 修回日期:2016-01-10)

(编辑:刘柳)

*主管药师。研究方向:药品检验。电话:029-85534542