

小儿回春丸的质量标准研究

★ 胡奕军¹ 胡奕勤² 黄立刚¹ (1 江西省抚州市第一医院 抚州 344000; 2 江西省抚州市药品检验所 抚州 344000)

关键词: 小儿回春丸; 质量标准

中图分类号: R 927.2 文献标识码: A

小儿回春丸是由麝香、牛黄、冰片等多味中药制成的一个用于小儿急惊抽搐、痰涎壅盛、神昏气喘、烦躁发热, 对小儿因时疫外感所引起的痰热惊风、烦躁神昏最为相宜的中成药, 笔者建立了小儿回春丸中的冰片、天竺黄、胆南星鉴别方法和朱砂中汞的含量测定方法, 以达到控制产品质量的目的。

1 仪器和试剂

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计。硅胶: 青岛海洋化工厂。对照品为原药材, 试剂均为分析纯。

2 鉴别

(1) 取小儿回春丸 1 g 研细, 加乙醚 10 mL, 振摇 10 分钟, 滤过, 为供试液。另取冰片对照药材, 制成每 1 mL 含 1 mg 的乙醚液为对照液, 各取 5 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚-乙酸乙酯(9: 1) 为展开剂, 展开用 5% 香草醛硫酸液显色, 即显棕红色斑点, 于 105 $^{\circ}$ C 加热 10 分钟, 显紫蓝色斑点。

(2) 取薄纸一片, 加亚铁氰化钾试液一滴, 待干后, 加本品盐酸溶液(取本品 0.3 g 研细, 加盐酸 1 mL 浸渍 5 分钟) 1 滴, 水 10 滴, 0.1% 茜红的乙醇液 1 滴, 用氨气熏后, 滤纸上可见紫红色斑中有红色的环(天竺黄的铝盐反应)。

(3) 取本品粉末 0.2 g 加水 5 mL, 振摇, 滤过, 取滤液 2 mL 置试管中, 加新制的糠醛液(1 \rightarrow 100) 0.5 mL, 沿管壁加硫酸 2 mL, 两液交界处即显棕红色环(胆南星中胆酸的反应)。

3 朱砂中汞的测定

3.1 双硫脲的精制 取双硫脲 0.5 g, 溶于 50 mL 氯仿中, 滤过, 滤液置分液漏斗中, 用稀氨水(1: 100) 提取 4 次, 每次 30 mL, 合并氨液, 加稀盐酸使成酸性, 再用氯仿提取 4 次, 合并氯仿液用水洗一次收集氯仿液于 50 $^{\circ}$ C 以下蒸去氯仿, 所得双硫脲置硫酸干燥器中干燥 24 小时, 取此双硫脲适量, 溶于氯仿中, 于 490 nm 波长测定, 使透光率为 55% \pm 1%, 贮于冰箱中备用。

3.2 汞标准液制备 精密称取氯化高汞(硫酸干燥器干燥至恒重) 0.1355 g, 加水适量, 盐酸 1 mL, 移至 100 mL 量瓶中加入稀盐酸(1: 100) 至刻度(100 μ g/mL)。

3.3 标准曲线的绘制 取汞标准液(10 μ g/mL) 5、10、15、

20、25 mL, 分别置 100 mL 量瓶中, 加 20 mol/L 硫酸溶液 10 mL 与 5% 高锰酸钾液 10 mL, 滴加 10% 盐酸羟胺溶液, 振摇使高锰酸钾褪色, 加水至刻度, 混匀后取此液各 10 mL, 分别置分液漏斗中, 加 10% 盐酸羟胺溶液 3 mL, 振摇均匀, 加透光率为 55% \pm 1% 的双硫脲-氯仿液 10 mL, 充分振摇 2 分钟, 用脱脂棉滤取下层液比色池中, 于 490 nm 波长处测其吸收度, 绘制标准曲线, 由吸收度和相应浓度求得回归方程为: $y = 0.1656 + 0.26x$, $r = 0.9973$ 。

3.4 含量测定 精密称取小儿回春丸 5 g 置具塞瓶中, 加 0.1 mol/L 硝酸 30 mg, 浸泡 30 分钟, 其间不断振摇, 滤过, 残渣用 0.1 mol/L 硝酸 20 mL 分两次洗涤, 再用水洗两次, 滤液与洗液合并加 2 mol/L 硫酸 10 mL、高锰酸钾细粉 1 g, 振摇后置 80~90 $^{\circ}$ C 水浴中氧化 1 小时, 取出冷却至室温, 滴加 10% 盐酸羟胺液使高锰酸钾褪色, 转移至 100 mL 量瓶中, 加水至刻度, 精密量取 10 mL 置分液漏斗中, 加 10% 盐酸羟胺液 3 mL, 振摇, 加双硫脲-氯仿液做空白, 测定吸收度从标准曲线计算其含量, 结果见表 1。

表 1 朱砂中汞的含量测定

样品号	含量(%)	RSD(%)
1	3.99	1.47
2	4.03	1.65
3	3.80	2.03
4	4.11	2.14
5	3.82	1.89

注: 表中每个样品号测得值为 3 次平均值。

3.5 回收试验 精密吸取上述样品液 10 mL, 加汞标准液 1 mL(10 mg/mL) 按照含量测定方法进行回收试验, 结果平均回收率为 100.92%, RSD 为 1.01%。

4 小结与讨论

本鉴别方法对冰片、天竺黄、胆南星进行确认试验, 均得到满意的效果, 方法简便。本试验对朱砂中的汞进行测定, 结果汞的含量偏差在允许范围内, 经 5 次测定, 回收率试验平均率为 100.92%, 本法提高了小儿回春丸的质量控制标准。

(收稿日期: 2007-05-11)