

朱红膏中汞离子的含量测定研究

李卫敏, 毛克臣, 李 洋
(北京中医医院, 北京 100010)

中图分类号: R284.2 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2001)03-0020-02

朱红膏是由朱砂、红粉等组成的软膏制剂, 具有活血化瘀、化腐生肌的功效。临床用于慢性溃疡、脓肿溃破、褥疮等。该制剂的主要成分为硫化汞、氧化汞, 但同时它们又是有毒成分^[1], 安全范围小。为了控制制剂中的硫化汞和氧化汞的含量, 我们在含量测定研究中将硫化汞和氧化汞进行处理, 以测定汞离子的含量来进行质量控制。我们采用了容量法对汞离子进行了含量测定方法的研究, 对临床上安全有效地使用本制剂具有指导意义, 报道如下。

1 试验材料

1.1 样品 朱红膏(北京中医医院中心制剂室提供)。

1.2 试剂及仪器 分析天平(上海天平仪器厂), 氧化汞(纯度100%, 北京中医药大学提供), 硫氰酸铵滴定液(北京市药检所提供), 朱砂、红粉、凡士林(北京中医医院药房提供), 硝酸、硝酸钾、硫酸、高锰酸钾、硫酸亚铁、硫酸铁铵化学制剂均为分析纯。

2 试验方法和结果

2.1 试验方法的选择

2.1.1 样品处理: 参照《中国药典》中红粉项下的含量测定, 分别用稀硝酸处理红粉、朱砂、凡士林和朱红膏, 结果红粉被溶解, 朱砂、凡士林和朱红膏均不被溶解, 然后用电炉加热至水分近干, 结果凡士林熔融, 朱砂及朱红膏均有大量朱红色不溶物。表明用稀硝酸不能完全处理样品。

参照《中国药典》中朱砂项下的含量测定, 分别用硝酸钾-浓硫酸加热处理, 结果均可完全溶解。因此选择硝酸钾-浓硫酸作为样品处理的试剂。

2.1.2 加热温度及时间对测定的影响: 在操作中, 我们发现样品处理的结果受到温度和时间的影响。当温度低时, 需要时间很长, 使测定方法不可操作; 当温度过高时, 时间缩短, 但会造成汞成分损失。因

此, 我们对加热的温度、时间进行了研究。具体方法: 将电炉与可调式变压器连接, 放上石棉网, 用温度计测量石棉网表面温度, 调节不同恒定温度, 进行记录。进行测定时, 先将温度恒定, 时间从容器放上电炉开始计算, 我们选择了5个温度5个时间进行试验, 观察样品处理后油状物和朱红色沉淀的情况。结果见表1, 经过试验我们确定样品处理的加热条件以250℃ 2.5h为宜。

表1 样品处理试验

时间 h	温度℃				
	100	150	200	250	300
1.0	+ ↓	+ ↓	+ ↓	+ ↓	— —
1.5	+ ↓	+ ↓	+ ↓	+ —	— —
2.0	+ ↓	+ ↓	+ ↓	— —	— —
2.5	+ ↓	+ ↓	+ ↓	— —	— —
3.0	+ ↓	+ ↓	+ —	— —	— —

注: “—”表示没有油状物或朱红色沉淀; “+”表示有油状物; “↓”表示有沉淀

表2 朱红膏测试结果

编号	朱红膏量 mg	硫氰酸铵量 ml	测得汞 %	平均值 %	RSD %
1	101.0	1.69	16.85		
2	101.4	1.68	16.68	16.72	0.66
3	102.2	1.70	16.75		
4	102.5	1.69	16.60		

2.2 样品分析 综合参照相关研究者的方法^[1~4], 我们以高壁烧杯加盖表面皿为装置, 精密称取朱红膏0.1g, 加入硝酸钾3g, 浓硫酸20ml, 250℃加热2.5h, 冷却后加水50ml, 分别冲洗容器壁, 待冷却后加1%高锰酸钾溶液至粉红色, 再加2%硫酸亚铁至粉红色消失, 加硫酸铁铵指示液2ml, 用0.1mol/L硫氰酸铵滴定液至浅棕黄色。取样品4份, 按测定方

法操作, 结果见表2。

2.3 回收实验 用加样法测定回收率。精密称取朱红膏4份, 每份精密加入氧化汞^{*}, 照测定方法进行, 数据经过计算处理, 结果见表3。

表3 加样回收试验

称样量 (mg)	样品中含 汞量(mg)	加入汞量 (mg)	测定汞 含量(mg)	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
49.58	8.29	8.07	16.54	101.1		
49.64	8.30	8.07	16.48	100.7	100.3	0.61
47.43	7.93	8.00	15.91	99.9		
47.49	7.94	8.01	15.85	99.6		

3 小结与讨论

2000版《中国药典》中, 含有朱砂的制剂有44个, 其中有硫化汞含量测定的制剂有6个(丸剂3个, 散剂2个, 片剂1个)。含有红粉的制剂有2个, 其中有氧化汞含量测定的有1个, 为散剂。没有朱砂、红粉连用且为外用软膏类制剂。

药典中所有关于汞含量的测定中, 对于样品加热没有具体温度和时间的规定, 而我们认为样品加

热的温度和时间对于确定质量标准很重要, 掌握不好会影响到标准的准确性, 温度过高可造成成分损失, 而温度过低则需要相当长的时间, 甚至几十个小时, 从而使测定方法不可操作。因此, 我们对样品加热的条件进行了研究, 最终选择了可使样品能够被处理完全的这一适宜时间下的最低温度作为样品处理条件。

试验结果表明, 容量法测定制剂中汞成分, 方法可行, 结果准确, 可以作为朱红膏质量控制的方法(因在北京地区没有寻找到硫化汞试剂, 所以用氧化汞试剂作为标准样品)。

参考文献:

- [1] 赵中杰. 矿物药分析[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1991. 75.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京: 化学工业出版社. 2000. 105, 121.
- [3] 梁忠明. 重金属与中药[M]. 北京: 中国中医药出版社, 1994. 100.
- [4] 魏璐雪, 袁昌鲁, 王强, 等. 中药制剂分析[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1997. 243.