

## 络合滴定法测定鞣酸鱼肝油软膏中的鞣酸含量

沈特庞, 姚水宝, 黄小华 (浙江省湖州市中心医院, 浙江 湖州 313000)

**摘要** 目的:制订鞣酸鱼肝油软膏中鞣酸含量的质控标准。方法:采用锌标准液测定鞣酸,乙二胺四乙酸钠回滴过量锌离子的络合滴定法对鞣酸作含量测定。结果:鞣酸鱼肝油软膏中鞣酸含量平均为4.77%,*RSD* = 2.41%;方法回收率为102.41%,*RSD* = 2.52%。结论:该方法简便、快速、准确;可控制该制剂质量。

**关键词** 鞣酸鱼肝油软膏;鞣酸;络合滴定法

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2006)02-0099-02

## Determination of tannin in tannin-cod liver oil ointment by complexometric titration

SHEN Te-pang, YAO Shui-bao, HUANG Xiao-hua (Huzhou Central Hospital, Huzhou 313000, China)

**ABSTRACT** **Objctions:** To establish the quality standards of the tannin in tannin-cod liver oil ointment. **Methods:** The content of the tannin was determined by complexometry. **Results:** The equal content of the tannin in ointment was 4.77%, *RSD* was 2.41%. **Conclusion:** These methods are specific and accurate. They can be used as the quality control method for the tannin in tannin-cod liver oil ointment.

**KEY WORDS** tannin-cod liver oil ointment; tannin; complexometric titration

鞣酸鱼肝油软膏是湖州市中心医院制剂室自行研制的软膏剂,具有收敛、保护皮肤作用,主要用于预防和治疗新生儿尿布皮炎。鞣酸鱼肝油软膏中主要成分是鞣酸,中国药典一部附录中的鞣酸含量测定法(皮粉法)繁琐,误差偏大。笔者采用络合滴定法来测定该软膏中鞣酸含量,操作简便,结果准确。

### 1 处方和制备

**1.1 处方** 鞣酸 50.0g,亚硫酸钠 2.0g,羊毛脂 38.0g,清鱼肝油 200mL,蒸馏水 10mL,凡士林加至 1 000g。

**1.2 制备** 取鞣酸与鱼肝油拌匀,另取亚硫酸钠加水溶解,用羊毛脂混合吸收,凡士林约 820g 加热熔化,加入羊毛脂拌匀,待冷却至室温后,加入鞣酸鱼肝油,搅匀,分装,即得。

### 2 仪器和试剂

**2.1 仪器** 隔水式恒温水浴箱;分液漏斗;电分析天平。

**2.2 试剂** 重蒸水,本院制剂室自制;鞣酸原料药( $C_{76}H_{52}O_{46}$ ),市售;锌标准液(0.05mol/L)、EDTA- $Na_2$  滴定液(0.05mol/L,  $F = 1.044$ ),湖州市药检所

提供;氯化铵-氨水溶液( $pH = 10$ )、铬黑 T 指示剂,本室自制。

### 3 方法和结果

鞣质能与多种金属离子(铅、铜、铋等)生成沉淀,该沉淀为多元酚与金属离子形成的多核络合物,其中锌离子对鞣酸具有较高选择性,能与鞣质 1:1 生成沉淀,且锌极易溶于水。因此,我们可以以水为溶出介质,采用锌标准液(0.05mol/L)作为沉淀剂,过量的锌离子用乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA- $Na_2$ )进行络合,铬黑 T 为指示剂,以间接络合滴定法测定鞣酸含量。每 1mL 锌标准液(0.05mol/L)相当于 8.5 059mg 鞣酸。

**3.1 原料药中鞣酸含量的测定** 精密称定 2.5g 鞣酸原料药,置 50mL 量瓶中,加水振摇使溶解,以水定容,使成 50mg/mL 的标准溶液。精密移取 0.05mol/L 的锌标准液 10mL,量取氨-氯化铵缓冲溶液( $pH = 10$ )10mL,同置 100mL 容量瓶中,精密加入 1mL 的鞣酸标准溶液,以水定容至 100mL。振摇,待沉淀稳定后过滤,弃去初滤液,精密吸取续滤液 10mL,置锥形瓶中,加氨-氯化铵缓冲溶液( $pH = 10$ )10mL,铬黑 T 指示剂适量,用 0.05mol/L 的 EDTA- $Na_2$  滴定液滴定溶液显蓝绿色,即为终点。同时作空白对照。按下式计算含量:

$$\text{含量}(\%) = (V_{\text{空白}} - V_{\text{样品}}) \times T \times F \times 50 \times 10 \div$$

$$W_{\text{样品}} \div 1000 \times 100\%$$

表1 原料药中鞣酸含量测定结果

原料药(g)	样品消耗 EDTA-Na <sub>2</sub> (mL)	鞣酸含量(%)	鞣酸平均含量(%)	RSD(%)
2.493 20	0.740	67.67	67.34	1.94
2.498 60	0.740	67.53		
2.502 05	0.730	69.21		
2.500 80	0.745	66.58		
2.499 20	0.750	65.73		

**3.2 软膏中鞣酸含量的测定结果** 精密称定鞣酸鱼肝油软膏 1g 置锥形瓶中,加 20mL 热水使基质融化、搅拌使鞣酸溶出,转移入分液漏斗。待基质重新凝固,溶液分层后,取下层清液置 100mL 容量瓶中,再用热水分 3 次,每次 10mL 洗涤锥形瓶和分液漏斗,合并下层清液入容量瓶中,精密加入 0.05mol/L 的锌标准液 10mL,并加入氨-氯化铵缓冲溶液(pH

=10)10mL。待容量瓶中溶液冷却至室温后,用蒸馏水定容至 100mL。待沉淀稳定后过滤,弃去初滤液,精密移取续滤液 10mL 置 100mL 锥形瓶中,以下同 3.1 法。并作空白对照。按下式计算含量:

$$\text{含量}(\%) = (V_{\text{空白}} - V_{\text{样品}}) \times T \times F \times 10 \div W_{\text{样品}} \div 1000 \times 100\%$$

表2 软膏中鞣酸含量测定结果

鞣酸软膏(g)	样品消耗 EDTA-Na <sub>2</sub> (mL)	鞣酸含量(%)	鞣酸平均含量(%)	RSD(%)
1.00 336	0.580	4.96	4.77	2.41
1.00 830	0.605	4.71		
1.00 794	0.610	4.67		
1.00 260	0.600	4.78		
0.99 640	0.610	4.72		

**3.3 方法回收率试验** 精密称定空白基质 1g,精密移取 1mL 鞣酸原料药标准溶液,以下同 3.2 项

下,测定消耗 0.05mol/L 的 EDTA-Na<sub>2</sub> 滴定液量。并做空白对照,计算回收率。

表3 方法回收率试验结果

空白基质(g)	鞣酸标准液(mL)	样品消耗 EDTA-Na <sub>2</sub> (mL)	鞣酸含量(%)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1.00 990	1	0.760	67.67	100.49	102.41	2.52
1.00 880	1	0.750	69.45	103.13		
1.01 070	1	0.750	69.45	103.13		
0.99 585	1	0.740	71.23	105.95		
1.00 475	1	0.765	66.78	99.23		

## 4 讨论

**4.1 鞣酸鱼肝油软膏中羊毛脂、鱼肝油、凡士林均不溶于水;亚硫酸钠与沉淀剂、络合剂均不发生反应。采用水溶解后络合滴定测定鞣酸含量,操作简单、结果准确。用本法测定鞣酸原料药中鞣酸含量相当于标示量的 67.34%,RSD 为 1.94%。测定鞣酸鱼肝油软膏中鞣酸含量为 4.77%,RSD 为 2.41%。**

**4.2 本实验采取热水溶出,冷却基质,分液,多次洗涤等操作步骤。平均回收率 102.41%,RSD 为 2.52%。**

**4.3 因鞣酸是多元酚,故应在碱性条件下进行沉淀反应;且锌与 EDTA-Na<sub>2</sub> 的络合反应也应在碱性条**

件下进行,故本实验采用 pH 为 10 的氯化铵-氨水溶液为反应介质,沉淀稳定,络合完全。

**4.4 鞣酸与锌离子发生 1:1 沉淀,鞣酸分子量为 1701.18Da<sup>[1]</sup>,因此 0.05mol/L 的锌滴定液对鞣酸的滴定度(T)为 8.5059mg/mL。**

## 参考文献:

- [1] 吕湘林,沈珠凤,朱孝芸,等. 植物鞣质的测定方法研究——络合法在鞣质含量测定中的应用[J]. 药学报,1965,12(3):155.
- [2] 王友茹,陈轶兰,魏振装,等. 五倍子中鞣酸相对含量的间接络合滴定[J]. 军事医学科学院院刊,1994,18(4):34.
- [3] 林秀英,杨 钊,程秀民,等. 紫外分光光度法测定药用鞣酸及其制剂中的含量[J]. 山东医药工业,1994,13(4):18.

收稿日期:2005-03-31