

附錄 XIV 酸值測定法

藥材中含有大量油脂或脂肪油，在儲存過程中容易發生酸敗，生成游離脂肪酸、過氧化物、低分子醛類和酮類，引發特異氣味，影響藥材質量。因此，測定藥材的酸值以檢查藥材中油脂的酸敗度。酸值指中和脂肪、脂肪油或類似物質 1 g 中含有的游離脂肪酸所需的氫氧化鉀重量。測定時可用氫氧化鈉滴定液。

方法及操作程序

(1) 油脂提取

測定前，將藥材樣品 30-50 g 粉碎，通過二號篩，混勻。置於纖維素提取套管中，纖維素提取套管置於索氏提取器中。加正己烷 100-150 mL 至 500-mL 圓底燒瓶中，置水浴上索氏提取 2 小時，放冷至室溫。用 3 號垂熔玻璃漏斗濾過。取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，收集油脂。

(2) 酸值測定

(a) 試劑

酚酞指示液

稱取酚酞 1 g，溶解於 100 mL 乙醇中。

氫氧化鈉滴定液

精密稱取氫氧化鈉 4.0 g，置於 1000-mL 量瓶中，加水至刻度。

乙醇－乙醚溶液

製備乙醇－乙醚 (1:1, v/v) 的混合溶液。加 1.0 mL 酚酞指示液，用氫氧化鈉滴定液中和至溶液顯粉紅色。臨用製備。

(b) 氫氧化鈉滴定液標化

精密稱取已於 105°C 乾燥至恒重的鄰苯二甲酸氫鉀 0.6 g，置 250-mL 錐形瓶中，加水 50 mL。振搖。加酚酞指示液 2 滴。用氫氧化鈉滴定液滴定至溶液顯粉紅色。滴定至近終點時，鄰苯二甲酸氫鉀應完全溶解。按以下公式計算氫氧化鈉滴定液的濃度：

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{W_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4} \times P_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4} \times 1000}{V_{\text{NaOH}} \times \text{Mw}_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}}$$

式中

$$C_{\text{NaOH}} = \text{氫氧化鈉滴定液濃度 (mol/L)}$$

$$V_{\text{NaOH}} = \text{氫氧化鈉滴定液消耗的體積 (mL)}$$

$$Mw_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4} = \text{鄰苯二甲酸氫鉀的分子量 (204.22 g)}$$

$$W_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4} = \text{鄰苯二甲酸氫鉀的重量 (g)}$$

$$P_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4} = \text{鄰苯二甲酸氫鉀的純度 (\%)}$$

(c) 供試品溶液滴定

除另有規定外，按表1列出的重量，精密稱取油脂，置 250-mL 錐形瓶中，加乙醇－乙醚溶液 50 mL。振搖。如有需要，可緩慢加熱回流至溶解。用氫氧化鈉滴定液滴定至溶液顯粉紅色，並持續 30 秒。記錄氫氧化鈉滴定液消耗的體積，按以下公式計算酸值：

$$\text{酸值} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times 5.61}{W}$$

式中

$$V_{\text{NaOH}} = \text{氫氧化鈉滴定液消耗的體積 (mL)}$$

$$W = \text{油脂的重量 (g)}$$

當酸值低於 10，建議使用 10-mL 半微量滴定管。

表 1 稱取油脂的重量

設定的酸值	油脂的重量 / g
0.5	10
1	5
10	4
50	2
100	1
200	0.5
300	0.4

限度 — 藥材樣品中的酸值應不超過各品種項下的規定。