

· 科技交流 ·

三阶导数紫外光谱法 测定海珠喘息定片中盐酸去氯羟嗪

浙江省医药工业公司 黄宗玉

福建省药品检验所 杨岗

海珠喘息定片是以海珠粉为主的复方片剂。福建省药品标准(1977)收载该品种,没有含量测定项目。上海药品标准(1980)收载盐酸去氯羟嗪原料及片剂,采用非水滴定测定含量,在本复方制剂中,盐酸氯喘和中草药的存在,干扰盐酸去氯羟嗪的滴定,严重影响测定结果。盐酸去氯羟嗪的导数紫外光谱尚未见国内外文献报道,我们扫描了它在N/10盐酸溶液中的一阶、二阶和三阶紫外导数光谱,发现它的三阶导数光谱,能排除盐酸氯喘和中草药水溶出成份的干扰,选定测定波长为270—267nm,当它的浓度为4 μ g—40 μ g时,该波长的振幅与浓度成良好的线性关系,相关系数为0.9999。用本法直接测定海珠喘息定片中的盐酸去氯羟嗪的含量,回收率达99.9%。

一、仪器与试剂

1. 仪器 UV-250 岛津自动记录式紫外—可见分光光度计及OPI-2附件。

2. 试剂 盐酸氯喘,盐酸去氯羟嗪 符合上海药品标准(1980)规定

冰片、甘草、蝉蜕、防风、海珠粉、天花粉、胡秃子叶和人中白 厦门中药厂供给
海珠喘息定片 市售品

二、标准溶液模拟样品溶液的配制

标准溶液 精密称取105℃干燥恒重的盐酸去氯羟嗪40mg,至500ml容量瓶中,加水至刻度,摇匀,其浓度为80 μ g/ml。

模拟样品溶液,取冰片、甘草、蝉蜕、防风、海珠粉、胡秃子叶和人中白、天花粉,分别研粉,按海珠喘息定片配方,称出10片量,除冰片外置烧杯中,加水1000ml煮沸30分钟,冷却,加冰片,摇匀,滤过,滤液置1000ml容量瓶中,加水至刻度,即得。

三、测定条件的选择

取标准溶液25ml至100ml容量瓶中,加10ml 1N盐酸液,加水至刻度,即得盐酸去氯羟嗪(20 μ g/ml)的N/10盐酸液。

取盐酸氯喘适量加N/10盐酸溶解成4 μ g/ml。

取模拟样品溶液10ml,加1N盐酸10ml,加水至100ml,摇匀。

取以上三种溶液至1cm石英吸收池中, N/10盐酸液为参比,在波长200—300nm处,按下列条件扫描:量程范围0—2ABS,扫描速度300nm/min狭缝2nm, y轴放大因子20nm/cm,结果如图1。图1表明盐酸氯喘在波长200—230处有吸收,盐酸去氯羟嗪在223 $\pm$ 1nm处有最大吸收,在245—285nm间有一平坦的吸收峰,模拟样品溶液在200—300nm间均有吸收。一般紫外分光法无法测定盐酸去氯羟嗪的含量。

图2—4分别是盐酸去氯羟嗪,盐酸氯喘和模拟样品的N/10盐酸溶液在波长240—300nm处的零阶、一阶、二阶、三阶导数光谱,从图中看出盐酸氯喘的二阶、三阶导数光谱

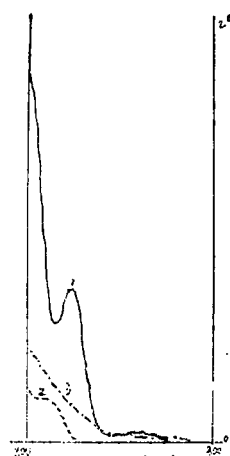


图1 零阶导数光谱

1. 盐酸去氯羟嗪 N/10 盐酸液 (20 μ g/ml)
2. 盐酸氯喘 N/10 盐酸液 (4 μ g/ml)
3. 模拟样品 N/10 盐酸液 ($\frac{1}{1000}$ 片/ml)

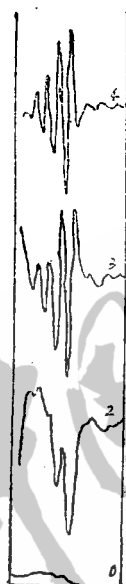


图2 盐酸去氯羟嗪的导数光谱 20 μ g/ml

1. 零阶
2. 一阶
3. 二阶
4. 三阶

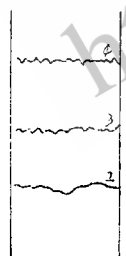


图3 盐酸氯喘的导数光谱 (4 μ g/ml)

1. 零阶
2. 一阶
3. 二阶
4. 三阶

几乎平坦, 模拟样品溶液的三阶导数光谱较零阶、一阶和二阶导数光谱平坦得多, 盐酸去氯羟嗪的一阶、二阶和三阶导数光谱较零阶导数光谱峰形尖锐, 特别是三阶导数光谱

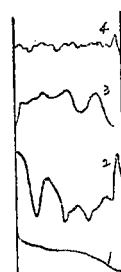


图4 模拟样品的导数光谱

$\left(\frac{1}{1000} \text{ 片/ml}\right)$

1. 零阶
2. 一阶
3. 二阶
4. 三阶

上下对应的尖峰, 振幅大, 易于测量, 又能排除模拟样品溶液的干扰。图5是按片剂的配比, 配制的盐酸去氯羟嗪, 盐酸氯喘和模拟样品的N/10盐酸溶液在200—300nm处的三阶导数光谱图, 图中看出我们选择三阶导数法能排除模拟样品和盐酸氯喘干扰, 选定盐酸去氯羟嗪的测定波长为270—267nm。

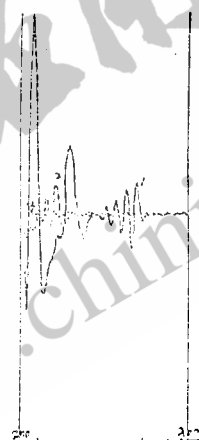


图5 三阶导数光谱

1. 盐酸去氯羟嗪 N/10 盐酸液 (12.5 μ g/ml) ——
2. 盐酸氯喘 N/10 盐酸液 (2.5 μ g/ml) ——
3. 模拟样品 N/10 盐酸液 ($\frac{1}{1000}$ 片/ml) - - - -

四、标准曲线

精密量取盐酸去氯羟嗪标准溶液5、10、15、20、25、30、40、50ml至100ml容量瓶中, 加10ml 1N盐酸液, 加水至刻度, 摇匀, 如前在240—300nm波长范围内作三阶导数光谱, 测量270—267nm波长间的振幅, 结果见表1, 回归方程 $D = 0.4599 + 2.1264C$ 相关系数 $r = 0.9999$

五、回收率试验

取100ml容量瓶8个, 分别精密加入盐酸去氯羟嗪标准溶液25、25、25、25、15、15、15、15ml, 加盐酸氯喘溶液适量, 模拟样品

表1 盐酸去氯羟嗪三阶导数光谱标准曲线

测定号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
浓度 $\mu\text{g}/\text{ml}$	4	8	12	16	20	24	28	32	40
振幅 mm	9.36	17.98	25.64	34.22	42.64	51.10	59.92	68.44	86.10

溶液10ml, 1N盐酸10ml加水至刻度, 摇匀, 如前作三阶导数光谱, 测量270—267nm的振幅, 按前回归方程计算含量, 结果见表2, 回收率达99.9%。

表2 盐酸去氯羟嗪的回收率

次数	加入量 μg	$D_{9\text{mm}}$	测得量 μg	回收率 %
1	20	43.34	20.17	100.8
2	20	42.78	19.90	99.5
3	20	42.68	19.86	99.28
4	20	43.34	20.17	100.8
5	12	25.90	11.96	99.70
6	12	25.90	11.96	99.70
7	12	25.86	11.95	99.58
8	12	25.84	11.94	99.46
总平均值			99.9%	
变异系数			0.60%	

六、样品测定

精密称定10片海珠喘息定片, 求得平均片重, 研粉, 称取一片量至100ml容量瓶中, 加水70ml, 振摇30分钟, 加水至刻度, 摇匀, 过滤取滤液10ml至100ml容量瓶中, 加

1N盐酸10ml, 加水至刻度, 摇匀, 如前作三阶导数光谱, 量取波长270—267nm振幅, 按前回归方程计算含量, 共测四批, 结果见表3。

表3 样品测定结果

样品批号	测定份数	平均标示量 (%)	变异系数 (%)
840311	5	94.34	0.8
840313	4	91.13	0.9
840314	5	87.92	1.4
840315	4	92.86	1.1

上述实验结果表明, 采用三阶导数光谱测定海珠喘息定片中的盐酸去氯羟嗪的含量, 可在不加分离的条件下, 排除盐酸氯喘和中草药中水溶性成份的干扰, 操作简便, 专属性强。

关键词 盐酸去氯羟嗪 Decloxizin
盐酸氯喘 Clorprenalin
三阶紫外导数光谱 Third
derivative ultraviolet spectrum