

· 药品检验 ·

咳特灵胶囊中扑尔敏的含量测定

武汉市药品检验所 施寄村 简英*

咳特灵胶囊为含扑尔敏的中西药复方制剂(每粒含榕树叶干浸膏 0.36 g、扑尔敏 1.4 mg)。根据文献记载,扑尔敏及其制剂的含量测定一般使用非水溶液滴定法和紫外分光光度法⁽¹⁾,但在本制剂中因受中药成分的影响不宜测定。本文采用具有较高专属性的离子对萃取比色法测定其中扑尔敏的含量,方法灵敏,操作简便,结果比较满意。有关文献⁽²⁾⁽³⁾与实验结果表明,扑尔敏在 pH5 左右的条件下和甲基橙能形成离子对,以氯仿萃取,萃取液于 425 nm 波长处有最大吸收。

一、仪器与试剂

1. WFZ800-D₂型紫外—可见分光光度计,北京第二光学仪器厂;UV-200 紫外分光光度计,日本岛津。

2. 氯仿、乙醇均为分析纯试剂。

3. 扑尔敏对照品 由药用扑尔敏经乙醇—乙醚混合溶剂重结晶,经测定,含量为 100.1%。

4. 0.2% 甲基橙溶液 取甲基橙指示剂溶于适量的水中制成。

5. 不同 pH 值的缓冲液⁽⁴⁾ 由 0.2M 磷酸氢二钠溶液与 0.1M 枸橼酸溶液按不同比例混合制成。

二、扑尔敏的测定法

1. 对照品溶液的制备 精密称取扑尔敏对照品 40mg,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度、摇匀,精密量取 5 ml 置 100

ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀(每 1 ml 含扑尔敏 0.02mg)。

2. 供试品溶液的制备 取本品求出平均装量,精密称取内容物(约相当扑尔敏 2 mg)置烧杯中,以乙醇 15、10、10 ml 充分搅拌提取三次,提取液滤过,残渣和滤器用乙醇洗涤三次,每次 5 ml,将滤液与洗液合并,回收乙醇至干、残留物以热水 80 ml 溶解,放冷,加水稀释至 100 ml,摇匀。

3. 测定法 精密量取对照品溶液和供试品溶液各 5 ml,分别置分液器中,加 pH 4.6 缓冲液(由 0.2M 磷酸氢二钠 9.35 ml 与 0.1M 枸橼酸 10.65 ml 混合制成) 5 ml,水 2 ml,0.2% 甲基橙溶液 3 ml,摇匀,精密加入氯仿 15 ml,振摇萃取 3 分钟后,静置使分层,分取氯仿液,用干燥滤纸滤过,弃去初滤液,续滤液置 1 cm 吸收池中,以水 5 ml 按同法操作所得的氯仿液作空白,在 425 nm 波长处分别测定吸收度计算,即得。

结果与讨论

一、测定条件的选择

1. 吸收光谱的测绘 精密量取对照品溶液 5 ml,照上述“测定法”操作,结果表明在 425 nm 波长处有最大吸收。

2. pH 值的优选 量取相同量的对照品溶液,加不同 pH 值的缓冲液,照上述“测定法”操作,溶液的 pH 值在 4.6 时离子对络

*系湖北中医学院实习生

合物的吸收度最大。

3. 甲基橙浓度的影响 精密量取对照品溶液 5 份、每份 5 ml, 分别加入 0.2% 甲基橙溶液 1、2、3、4、5 ml, 各加水 4、3、2、1、0 ml, 照上述“测定法”测定吸收度, 结果表明加 0.2% 甲基橙溶液 3 ml 为宜。

4. 呈色稳定性实验 精密量取对照品溶液 5 ml, 照上述“测定法”测定, 20℃ 时实验显示在 8 小时内稳定。

5. 离子对配比的确定⁽⁵⁾⁽⁶⁾ 将扑尔敏与甲基橙均配成 $7.5 \times 10^{-5} \text{M}$ 的溶液, 按连续改变法, 精密量取 $7.5 \times 10^{-5} \text{M}$ 扑尔敏溶液 9、8、7、6、5、4、3、2、1 ml, 置于 9 个分液器中, 分别加入 $7.5 \times 10^{-5} \text{M}$ 甲基橙溶液 1、2、3、4、5、6、7、8、9 ml, 使每份体积均为 10 ml, 再加入 pH 4.6 缓冲液各 5 ml, 照上述“测定法”测定吸收度。以 [扑尔敏]/[扑尔敏] + [甲基橙] 为横座标, 吸收度 A 为纵座标作图如图 1, 结果说明扑尔敏—甲基橙离子对配比为 1:1。

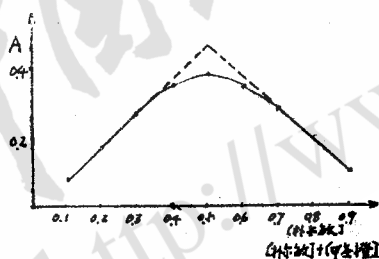


图 1 扑尔敏—甲基橙离子对配比曲线

二、标准曲线的制备 精密量取每 1 ml 含对照品 0.025 mg 的溶液 1.0、2.5、4.0、5.5、7.0 ml 各加水至 7 ml, 照上述“测定法”操作。以扑尔敏取样 mg(x) 为横座标, 测得的吸收度(y) 为纵座标, 绘制标准曲线(作图略)。得回归方程为 $y = 4.56x - 0.0164$ 。相关系数 $r = 0.9998 > 0.9590$ ($n = 5$, $P = 0.01$)。说明 x 与 y 二者线性关系良好。

三、背景吸收试验 取不含扑尔敏的所有原辅料适量(与扑尔敏 2 mg 相当), 照上述扑尔敏的测定法操作, 结果如表 1。

表 1 咳特灵胶囊背景吸收情况

测定值	平均值	扑尔敏—甲基橙离子对的平均吸收度	背景吸收为主药吸收的 %
0.002, 0.006		0.438	
0.008 0.009 0.0068		(n = 6)	1.55
0.009			

四、回收试验 按处方比例自配制剂的回收率测定, 结果如表 2

表 2 咳特灵胶囊中扑尔敏的回收率测定

试验号	扑尔敏投入量 (mg)	扑尔敏测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 ± 标准偏差 (%)
1	0.1015	0.09720	95.76	96.37 ± 1.60
2	0.0993	0.09687	97.55	
3	0.1008	0.09593	95.17	
4	0.1034	0.10013	96.84	
5	0.0999	0.09850	98.60	
6	0.1025	0.09663	94.27	

五、样品中扑尔敏的含量考查 照上述“扑尔敏的测定法”操作, 结果见表 3

表 3 咳特灵胶囊含量测定结果

药厂	批号	含扑尔敏相当于标示量的 %	平均值 (%)
广东 × × × 制药厂	840601—05	97.30, 96.58	96.94
	870904—07	98.00, 98.22	98.11
湖北 × × × 制药厂	871005	101.34, 105.46	103.40
	870408	98.70, 99.30	99.00
武汉 × × × 制药厂	871135	89.63, 89.77	89.70
	871013	94.90, 96.84	95.87
× × × 制药厂	870909	95.80, 98.60	97.20
	861018	103.80, 105.00	104.40
	861022	99.98, 103.98	101.98

(下转第 7 页)

小 结

用乙醇作溶剂提取咳特灵胶囊中的扑尔敏,提取物的水溶液在 pH 4.6 的条件下与甲基橙形成离子对,以氯仿萃取,于 425 nm 波长处进行比色测定。实验条件下,当扑尔敏为 0.025~0.175 mg 时,回归方程为 $y = 4.56x - 0.0164$ 。方法的回收率为 $96.37 \pm 1.60\%$ 。

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国药典 1985年版二部 P43~45
- [2] Dessouky. Y. M. et al: Die phazmazie 29(9), 577, 1974
- [3] 陈品红: 用甲橙离子对提取法测定片剂及滴丸剂中的扑尔敏(待发表)
- [4] 日本药学会:《卫生试验法注解》p.1100.1965
- [5] Chazles N. Reilley: experiments for instrumental methods p176~177, 1961
- [6] 服部忠雄等: 分析化学(日)27(11)709.1978