

络合萃取分光光度法测定鼻宝片中马来酸氯苯那敏的含量

莫明秀(新会 529100 广东新会市人民医院药剂科)

摘要 用锌试剂络合,二氯乙烷萃取及分光光度法测定鼻宝片中马来酸氯苯那敏的含量。实验证明,马来酸氯苯那敏在 2.5~20.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内呈良好线性关系, $r=0.9997$,平均回收率为 98.7%, RSD 为 1.51%($n=5$)。该方法准确,可靠,达到质量控制的目的。

关键词 鼻宝片;马来酸氯苯那敏;锌试剂;分光光度法;含量测定

Determination of chlorpheniramine maleate in Bibao tablet by spectrophotometry

Mo Mingxiu(Mo MX)(Xinhui People's Hospital, Xinhui 529100)

ABSTRACT Chlorpheniramine maleate in Bibao tablet was determined by zincon complexometric extraction-spectrophotometry. The result showed a good linear relationship in the concentration range of 2.5~20.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ($r=0.9997$). The average recovery rate is 98.75% and RSD 1.51% ($n=5$). The method is simple and reliable, and has no interference from other components in the tablet.

KEY WORDS Bibao tablet, chlorpheniramine maleate, zincon, spectrophotometry, assay

鼻宝片是本院研制的复方中西药片剂,具有祛风除邪,通利鼻窍,补益肺气的功效,经我院多年临床验证,对急慢性鼻窦炎、副鼻窦炎、长期流涕、鼻炎、偏头痛等有良好疗效。为了达到质量控制的目的,本文参考有关文献^[1-3],利用锌试剂在 pH 4.5 的缓冲液中与马来酸氯苯那敏形成稳定的络合物,用二氯乙烷萃取及分光光度法测定鼻宝片中马来酸氯苯那敏的含量,结果满意。

1 仪器与试剂

日立 U-3210 型分光光度计,751G 型分光光度计(上海分析仪器厂);马来酸氯苯那敏对照品(中国药品生物制品检定所);鼻宝片(自制)。药用辅料均符合中国药典规定,试剂均为分析纯。

2 鼻宝片的制备

处方:马来酸氯苯那敏 10g,辛荑花芯 250g,细辛 650g,中药干膏 1330g,糊精 250g,稀糖浆 1000ml,硬脂酸镁 33g,共制成 1 万片。将辛荑花芯、细辛及中药干膏混合后,打粉,与糊精混匀,过 220 目筛,以等量递加的方法加入马来酸氯苯那敏,混匀后,以糖浆制粒,60 $^{\circ}\text{C}$ 干燥,最后加入硬脂酸镁,混匀,整粒,压片,包衣

即得。

3 含量测定

3.1 试液配制

3.1.1 马来酸氯苯那敏对照品液:精密称取 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的马来酸氯苯那敏对照品适量,用 0.1mol/L NaOH 调 pH 为 10 的水(以下称碱液)溶解配成 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度。

3.1.2 锌试剂液:精密称取锌试剂 34mg,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L NaOH 液 10ml 溶解,加水稀释至刻度,摇匀(需新鲜配制)。

3.1.3 样品液:取本品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于马来酸氯苯那敏 1mg),置分液漏斗中,加入碱液 30ml 溶解,用二氯乙烷萃取 4 次(25,25,25,20ml),分取二氯乙烷层置 100ml 量瓶中,加二氯乙烷至刻度,摇匀即得。

3.1.4 空白样品液:精密称取约相当于 5 片量的空白样品(除马来酸氯苯那敏外,其它成分不变),按 3.1.3 项下制备。

3.1.5 醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5),按中国药典 1995 年版二部附录 XVp 项下制备。

3.2 测定波长选择

精密吸取马来酸氯苯那敏对照品液 2ml,置分液漏斗中,加 pH 4.5 缓冲液 15ml,锌试剂液 2ml,摇匀,精密加入二氯乙烷 10ml,振摇 5min,静置 5min,分取二氯乙烷层,以二氯乙烷为空白,在 400~700nm 范围内扫描,最大吸收波长为 533nm。

3.3 干扰试验

精密吸取空白样品液 10ml 置分液漏斗中,加 pH 4.5 缓冲液 15ml,锌试剂液 2ml,振摇 5min,静置 5min,取二氯乙烷层,过滤,取滤液依法扫描,空白样品液在 533nm 处无吸收,不干扰测定。

3.4 显色时间及显色剂用量的试验

固定缓冲液 pH 为 4.5,显色剂用量为 2ml,按 3',4',5',10',15' 显色时间的络合物吸收度,表明 5min 后显色稳定,故选择显色时间为 5min。

固定缓冲液 pH 为 4.5,显色时间为 5min,改变显色剂用量,按 3.2 项下操作,测定络合物的吸收度,结果表明显色剂用量 2~3ml,显色稳定,选择显色剂用量为 2ml。

3.5 标准曲线的制备

精密吸取马来酸氯苯那敏对照品液 0.5,1.0,1.5,2.0,2.5,3.0,3.5,4.0ml,分别置于分液漏斗中,按 3.2 项下操作,在 533nm 处测定络合物的吸收度,以吸收度为纵坐标,浓度为横坐标得标准曲线回归方程 $A = 0.03058 + 0.04074c$, $r = 0.9997$,在 2.5~20.0 $\mu\text{g/ml}$ 范围内呈良好线性关系($n=5$)。

3.6 回收率试验

精密称取已测得含量的样品,加入已知量马来酸氯苯那敏对照品,置分液漏斗中,按 3.1.3 项下制备,得二氯乙烷提取液 100ml。精密吸取 10ml 置分液漏斗中,按 3.3 项下操作,在 533nm 处测定吸收度,得平均回收率为 98.7%, RSD 为 1.51%($n=5$)。

3.7 待测溶液稳定性试验

将待测液在 25~30℃ 下放置,每 30min 复测,结果

3h 内吸收度无明显变化,溶液稳定。

3.8 精密度试验

取 3.6 项下待测液 1 瓶,于 3h 内每隔 30min 连续测定 6 次,计算吸收度的 RSD 为 0.28%。

3.9 样品含量测定

取样品 5 批,分别按 3.1.3 项下的方法制成样品液。精密吸取样品液 10ml 置分液漏斗中,按 3.3 项下的方法操作,测定结果见附表。

附表 样品含量测定结果($n=3$)

批号	相当于标示量(%)	RSD (%)
960319	100.4	0.55
960722	98.9	0.72
961203	99.2	0.47
970107	98.4	0.85
970312	97.9	0.90

5 讨论

5.1 本方中的中药干膏是由苍耳子、黄柏、五味子、麻黄、荆芥、白芷、连翘、知母、野菊花、防风、甘草组成,其中白芷被粉碎成 220 目细粉。其余部分用水提酒沉的方法制成浓缩流膏,再用白芷粉末吸收,干燥即得。

5.2 锌试剂与马来酸氯苯那敏在 pH 4.5 缓冲液中形成的络合物为紫红色。本实验曾在不同的 pH 环境下络合,结果络合物在 pH 为 4.4~4.6 时,络合物有较长的稳定时间,超出这一范围,络合物的吸收度变化较大,稳定性下降。

参考文献

- 1 蒋伟杰.咳特灵片中扑尔敏含量测定的研究.广东药学院学报,1996,12(4):232.
- 2 辛勋,吴清平.锌试剂络合——分光光度法测定速效伤风胶囊中扑尔敏的含量.药物分析杂志,1990,10(4):245.
- 3 覃洁萍,莫可丰.络合萃取——分光光度法测定咳特灵胶囊中扑尔敏的含量.药物分析杂志,1995,15(3):36.