

# 二种药物制剂中有机氯焰色反应探讨

魏晓舒<sup>1</sup>, 杨腊虎<sup>2</sup> (1. 江苏省无锡药品检验所, 江苏 无锡 214021; 2. 中国药品生物制品检定所, 北京 100050)

中图分类号: R917.05; R971.1

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2004)01-0068-01

对含氯有机药物的鉴别, 在一些药品标准中, 常采用焰色反应, 即 Beilstein<sup>[1]</sup>法。但在实际检验操作中, 火焰的绿色不容易被观察到, 影响了对结果的判断。经多次实验分析, 我们认为: 原因在于氧化铜与含氯试样的反应强度, 即与反应物的量有关。本实验以双氯芬酸(双氯灭痛)单方制剂和克感敏颗粒复方制剂为例, 对该鉴别方法进行了探讨, 改进后的方法, 火焰绿色明显, 易于观察, 判断明确。

## 1 实验部分

**1.1** 双氯灭痛( $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ )片, 其药品标准豫卫药审字(89)第24号文[鉴别](1): “取本品, 除去肠溶衣, 研细, 称出适量(约相当双氯灭痛0.5g), 加乙醇20mL, 振摇, 滤过, 滤液水浴上蒸干。取残渣适量, 加水使成糊状, 用铜片蘸取少量, 在无色火焰中燃烧, 火焰边缘应呈绿色。”在实际测定时, 火焰绿色不明显, 结果很难判断。经改进, 供试品残渣的制备同上即得, 不再加水使成糊状; 将铜片先烧灼至无绿色火焰, 然后在铜片上放入约5mg氧化铜粉末, 继续加热片刻, 至无绿色火焰后, 冷却, 再加上供试品残渣少许烧灼, 绿色火焰显著且持续时间较长。

**1.2** 克感敏颗粒组分中有马来酸氯苯那敏(扑尔敏,  $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ ), 其药品标准滇Q/WS918-2000[鉴别](3): “取本品适量, 加水使成糊状, 用铜片蘸取少量, 在无色火焰上烧灼, 即显绿色。”检验中用供试品细粉10g, 加水4mL使成糊状, 焰色反应不明显。经方法改进: 取供试品细粉5g加乙醇20mL, 振摇滤过, 滤液蒸干, 残渣备用; 照双氯灭痛片改进方法项下: 将铜片先烧灼……, 结果绿色火焰明显, 易于观察判断。

## 2 讨论

有关介绍 Beilstein 法的具体操作<sup>[1,2]</sup>中, 是用铜丝圈经烧灼后直接加样品烧灼, 而并不添加氧化铜粉末。有机氯焰色反应的理论是: 铜在潮湿气氛中直火加热则生成黑色的氧化铜, 氧化铜此时与含氯残渣烧灼, 即生成挥发性的氯化铜, 铜盐在燃烧时呈绿色火焰。经实验, 我们认为: 不添加氧化铜粉末, 仅靠铜片的直火加热生成的氧化铜, 在反应的量上是不够的, 故绿色火焰不明显。添加氧化铜粉末, 保证了反应物的量——氧化铜; 先用火焰除去氧化铜中的铜绿干扰, 再用供试品提取后的残渣进行焰色反应, 结果明显。药品标准中采用糊状物代替残渣是考虑到能黏在铜片上, 实际上这影响了反应中含氯试样的量, 特别在复方制剂, 因为, 在焰色反应中, 当有机氯化物样品在无色火焰中受热时, 先蒸发成为分子, 然后分子分解成为氯原子, 形成反应物, 所以, 对供试品中的有机氯进行适当提取, 有利于焰色反应的进行。比较实验表明: 对含氯有机物的鉴别, 添加氧化铜是关键, 对结果的正确判断是重要的。因此, 是否可将该添加氧化铜改进法推广至其它有机氯化物焰色反应鉴别中, 可进一步探讨验证。

## 参考文献

- [1] 余仲建, 李松兰, 张殿坤. 现代有机分析[M]. 天津: 天津科学技术出版社, 1994: 228.
- [2] 施耀曾, 孙祥祯. 有机化合物光谱和化学鉴定[M]. 江苏科学技术出版社, 1988: 442.

收稿日期: 2002-09-27