

鼻宝片中扑尔敏含量测定的研究

蒋伟杰¹, 聂倩庆² (1. 江门市新会区人民医院, 江门 529100; 2. 江门市新会区新城医院, 江门 529100)

摘要:目的 建立鼻宝片中扑尔敏的含量测定方法。方法 分别采用甲基橙、锌试剂与扑尔敏络合, 用二氯甲烷萃取, 分光光度法测定鼻宝片中扑尔敏的含量。结果 锌试剂法: 扑尔敏在 $2.3 \sim 20.2 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 浓度范围内线性关系良好, 平均回收率 98.5%, RSD = 1.60%。甲基橙法: 扑尔敏在 $2.0 \sim 11.6 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 浓度范围内线性关系良好, 平均回收 99.2%, RSD = 1.2%。结论 两种方法均能排除干扰, 结果稳定。操作简单易行, 可作该片中扑尔敏含量测定方法。

关键词:鼻宝片; 扑尔敏; 含量测定; 甲基橙; 锌试剂

中图分类号: R917.102 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2005)08-0744-02

Determination of Chlorpheniramine Maleate Content in Bibao Tablet by Spectrophotometry

JIANG Wei-jie¹, NIE Qian-qing² (1. Xinhui People's Hospital, Jiangmen, Guangdong 529100; 2. New Town's Hospital, Xinhui, Jiangmen, Guangdong 529100)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop a method to determinate the content of Chlorpheniramine Maleate in Bibao Tablet. **METHODS** The content of Chlorpheniramine Maleate in Bibao Tablet was determined by Zincon or methyl-orange complexometric extraction-spectrophotometry. **RESULTS** The calibration curve was linear. When complexed with Zincon the linear concentration rang from $2.3 \sim 20.2 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ with average recovery rate 98.5% and RSD = 1.60%. When complexed with methyl-orange, the lineae concentration range is $2.0 \sim 11.6 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, with average recovery rate 99.0% and RSD = 1.2. **CONCLUSION** Both methods are accurate, simple and reliable, and have no interference from other components in the tablet.

KEY WORDS: Bibao Tallet; Chlorpheniramine Maleate; Determination of content; Zincon; Methy-orange

鼻宝片是用于治疗急慢性鼻炎药物, 每片中含扑尔敏 1mg 和植物挥发油及连翘、细辛等 13 种中药提取物。据文献报道, 扑尔敏在 pH4.5 的溶液中能与锌试剂、甲基橙等形成稳定的等摩尔比络合物, 可用二氯甲烷萃取分离, 分光光度法测定含量, 我们利用此原理建立了鼻宝片中扑尔敏的含量测定方法。

1 仪器与试剂

日立 U-3210 型分光光度计; 扑尔敏(中国药典 2000 年版标准), 鼻宝片(自制)、空白样品(无扑尔敏, 含全部中药成分), 所用辅料符合中国药典 2000 年版标准, 试剂为分析纯, 水为蒸馏水。

2 实验方法

2.1 试液配制

2.1.1 扑尔敏对照品溶液配制 精密称取 105℃ 干燥至恒重的扑尔敏 50mg 置 100mL 量瓶中, 加用 0.1mol/L 氢氧化钠调 pH 至 10 的水溶解并稀释至刻度, 精密量取 5mL, 置 50mL 量瓶中, 加同样 pH10 的水至刻度、摇匀, 即为 $50 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 扑尔敏对照品溶液。

2.1.2 供试液 取本片 20 片, 去其包衣, 精密称定, 研细, 精密称取适量(相当于扑尔敏 0.7mg), 置分液漏斗中, 加水 30mL 溶解, 加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节至 pH10, 用二氯

甲烷萃取 4 次(25, 25, 25, 20mL), 分取二氯甲烷层合并置 100mL 量瓶中加入二氯甲烷至刻度, 摇匀即得。

2.1.3 锌试剂试液 称取试剂 35mL, 置 50mL 量瓶中, 加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5mL 使溶解, 加水至刻度摇匀(需新鲜配制)。

2.1.4 甲基橙试液 精密称取 100mg, 置 50mL 量瓶, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀即得。

2.1.5 醋酸-醋酸纳缓冲液(pH4.5) 照《中国药典》2000 年版配制。

2.2 测定波长选择

精密量取扑尔敏对照品液 2mL, 置 100mL 分液漏斗中, 加 pH4.5 缓冲液 15mL, 锌试剂试液 2mL, 摇匀, 精密加入二氯甲烷 10mL 震荡 5min, 静置 5min, 以二氯甲烷为空白, 在 300~700nm 范围内扫描, 以甲基橙试液代替以上锌试剂, 同样操作测定光吸收图。

精密量取相当于 10 片量的空白样品, 置 100mL 分液漏斗中, 依“供试液”项下, 从“加水 30mL 溶解……”起操作, 配制萃取液, 分别加入锌试剂试液、甲基橙试液, 依上法测定光吸收图。

据扫描测定, 用锌试剂络合法选定 533nm 为测定波长, 甲基橙络合法选定 423nm 为测定波长。

2.3 标准曲线制备

分别精密吸取扑尔敏对照品 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0 mL, 分别置 100 mL 分液漏斗中, 照“波长选择”项下操作, 分别用锌试剂试液、甲基橙试液进行络合, 选相应的波长处测吸收度, 以吸收度为纵坐标, 扑尔敏浓度为横坐标。得回归方程: 锌试剂法 $y = 0.6233 + 0.1617x$, $r = 0.9992$, 线性范围 2.3 ~ 20.2 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, ($n = 5$) 甲基橙法 $y = 0.923 + 0.0088x$, $r = 0.9990$, 线性范围 2.5 ~ 12.5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, ($n = 5$)。

2.4 稳定性试验

测定液在 25℃ 下放置, 每隔 1h 测定吸收度, 结果, 锌试剂法在 2h 内稳定, 甲基橙法 6h 内稳定。

2.5 加样回收率试验

精密称取已测定含量的样品, 分别加入扑尔敏对照品 10 mL 和 14 mL, 移置 100 mL 分液漏斗中, 从“供试液”项下, 从“加水 30 mL 溶解……”起操作, 制备成 100 mL 二氯甲烷萃取液, 精密量取 10 mL 置分液漏斗中, 加入 pH4.5 缓冲液 15 mL, 然后分别用锌试剂试液、甲基橙试液 (2 mL) 络合, 萃取, 选择相应波长测定, 得平均回收率分别为: 锌试剂法 98.7%, RSD = 1.48%, 甲基橙法 99.4%, RSD = 0.99% ($n = 5$)。

2.6 含量测定

取 5 批样品, 配制成供试液, 精密量取 10 mL 置分液漏斗中照“回收率试验样品”项下, 从“加入 pH4.5 缓冲液 15 mL

……”开始操作, 测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ($n = 5$)

Tab 1 Determination result of samples ($n = 5$)

批号	相当于标示量 (%)	
	锌试剂法	甲基橙法
200401	97.21	97.86
200402	96.94	98.14
200403	98.75	99.14
200404	99.32	101.57
200405	100.16	102.86

3 讨论

空白样品的二氯甲烷萃取液在 200 ~ 300 nm 波长范围扫描中显示有较强的吸收, 扑尔敏最大吸收为 264 nm 波长处, 对直接紫外线吸收度测定造成干扰。扑尔敏分别与锌试剂、甲基橙试液络合后各自产生新的吸收峰, 而相应峰值波长处, 空白样品的萃取液分别与这两项试液混合后, 吸收光谱无改变, 故对测定无干扰。

锌试剂法有较宽的线性浓度范围, 甲基橙法则测定液的稳定时间较长, 两者各具特点, 操作同样简便, 结果可靠, 均可作为该片中扑尔敏的含量测定方法。

收稿日期: 2004-11-12