

舒胃宁片含量测定方法的研究

★ 侯莉 熊辉 黄庆 (江西制药有限责任公司 南昌 330006)

关键词:含量测定;次硝酸铋

中图分类号:O 656.3 文献标识码:A

江西省药品标准中舒胃宁片系中、西药复方制剂,原质量标准中无含量测定方法。针对这种情况,我们试图找到一种合适的含量测定方法,以有效地监控舒胃宁片的质量,经过多种试验,最后确定以次硝酸铋的含量作为控制舒胃宁片质量的方法。这是因为次硝酸铋在酸性条件下,能与乙二胺四醋酸二钠液反应而使儿茶酚紫指示液由纯蓝色变为淡黄色,以所消耗的 EDTA-2Na 滴定的量即可以计算出次硝酸铋的含量。

1 实验材料

舒胃宁片(批号为 20020802、20020803、2002804)。坩埚,锥形瓶,量筒;硝酸溶液(3→10),氨试液,乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05 mol/L),儿茶酚紫指示液。

2 实验方法

2.1 线性实验 精密称取次硝酸铋,加硝酸溶液(3→10)10 mL,使溶解,加水使成约 300 mL,加儿茶酚紫指示液 6 滴,溶液显纯蓝色,用乙二胺四醋酸二钠液(0.05 mol/L)滴定至显黄色,结果直线方程: $Y = 4.3470 + 10.1505X$,相关系数: $r = 0.9990$,表明 Bi 的含量在 79.01~135.78 mg 范围内线性关系良好。

2.2 回收率实验 精密称取次硝酸铋,按处方加入其他辅料,照含量测定项下的方法进行实验,测定结果平均回收率 98.1%, $RSD = 0.38\%$ ($n = 8$)见表 1。

表 1 回收率测定结果

样品编号	次硝酸铋		检验结果 以 Bi 计算 /mg	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
	称样量 /mg	以 Bi 计算 /mg				
1	111.8	79.94	78.90	98.7	98.1	0.38
2	110.5	79.01	77.65	98.3		
3	112.4	80.37	78.44	97.6		
4	159.3	113.90	111.85	98.2		
5	161.0	115.12	112.66	97.9		
6	160.6	114.83	112.99	98.4		
7	194.8	139.53	136.56	98.0		
8	189.9	135.78	132.61	97.7		

2.3 含量测定 取样品 10 片,精密称定,研细称出适量(约相当于舒胃宁片一片量)于坩埚内,置 700~800 ℃ 高温灼烧后,取出放冷至室温,加硝酸溶液(3→10)10 mL,微热,使溶解,放冷,用水洗至锥形瓶中,加水使成约 300 mL,加儿茶酚紫指示液 6 滴应显纯蓝色,如显紫色或紫红色,滴加氨试液至显纯蓝色,用乙二胺四醋酸二钠液(0.05 mol/L)滴定至显

淡黄色即得。每 1 mL 的乙二胺四醋酸二钠液(0.05 mol/L)相当于 10.45 mg 的 Bi,实验结果见表 2。

表 2 含量测定结果

批号	样品编号	取样量 /mg	每片含量硝酸铋 (以 Bi 计算)/mg	平均值 /mg
2002802	1	601.6	107.2	107.6
	2	603.6	108.4	
	3	601.3	107.4	
	4	605.9	108.7	
2002804	5	596.6	107.2	108.1
	6	606.7	108.4	
	7	660.1	118.0	
2002803	8	665.5	117.8	118.0
	9	662.9	108.3	

2.4 重复性实验 取批号为 2002803 的样品,由 A、B 两位检验员照含量测定方法项下的操作,分制重复做 10 个样品,实验结果:(1)A:平均每片含 Bi 117.9 mg, $RSD = 0.31\%$ ($n = 10$)。 (2)B:平均每片含 Bi 118.1 mg, $RSD = 0.39\%$ ($n = 10$);总体 $RSD = 0.06\%$ ($n = 20$)。

3 讨论

(1)舒胃宁片做为一个中西药复方制剂,一直以来含量测定方法的确定有多种尝试。以其中的中药成分来建立含量测定方法,因其各个中药成分在每片中的含量很少,且在提取精制样品的过程中相互干扰大,经过实验,重现性都较差,而它们以原药材入药,进行显微鉴别则比较合适。

(2)本方中主要成分的次硝酸铋,主要起中和胃酸及收敛作用,在处方中量是最大的,因此选择次硝酸铋为含量测定的指标成分较合适。

(3)由于中药成分以原药材入药,在制备样品的过程中,溶液呈现黄褐色,干扰了儿茶酚紫指示剂的显色,为此,我们参照卫生部药品标准(WS1-29(B)-89)次没食子酸铋的含量测定方法,采用灼烧灰化的样品处理方法,使其中的中药成分灰化完全,溶解后液显乳白色,产生了较好的效果,实验结果的准确性、重现性、精密度都较好。

(4)实验证明,次硝酸铋的含量测定方法操作简便,准确度高,重现性好,是用来控制舒胃宁片质量的切实可行的方法。

(收稿日期:2004-06-04)