

红外光谱法测定乐健素胶囊中二甲基硅油的含量

张玉英 黄靖宇¹ 胡家炽

(广州市药品检验所, 广州 510160)

摘要 采用红外光谱法测定乐健素胶囊中二甲基硅油的含量。样品通过四氯化碳提取后, 置液体池中, 录制红外光谱图, 扣除背景吸收, 用峰高法以 Si-CH₃ 基团在 1260 cm⁻¹ 处的对称变形振动吸收峰进行定量。二甲基硅油在每 1 ml 含 4~8 mg 的浓度范围呈良好的线性关系, $r=0.9998$, 平均回收率为 101.1%, $RSD=2.0\% (n=5)$ 。

关键词 乐健素胶囊; 二甲基硅油; 红外光谱法; 含量测定

乐健素胶囊由二(苯丙基)乙胺柠檬酸盐 60 mg, 二甲基硅油 300 mg 和适量辅料组成, 是一种减少胃肠胀气并有解痉作用的复方制剂。二甲基硅油的测定方法有重量法^[1,2]、原子吸收光谱法^[3]、核磁共振法^[4]和红外光谱法^[5,6]。除重量法用于药物检测外, 其余方法均用于脂肪、油及其他塑料添加剂等化学制品的分析。重量法操作烦复, 分析时间长。本文根据 Si-CH₃ 基团在 1260 cm⁻¹ 产生对称变形振动的特征吸收峰^[7~9], 将红外光谱法应用于药物复方制剂中二甲基硅油的含量测定, 获得满意的结果, 方法较简便、快速、准确。

1 实验部分

1.1 仪器与药品

日立 IR270-30 红外分光光度计, 美国 Nicolet 公司 550 series II 傅里叶红外分光光度计, KRS-5 液体池(池厚 0.1 mm)。

二甲基硅油对照品含量为 99.8%, 乐健素胶囊三批(批号: 314、273、185, 法国 MAYOLY SPINDLER 药厂)。四氯化碳和无水硫酸钠为分析纯试剂。

1.2 提取与测定

取对照品或本品内容物适量(约相当于

二甲基硅油 150 mg), 精密称定, 置 100 ml 带塞三角烧瓶中, 精密加入四氯化碳 25 ml 使溶解, 加盐酸液(pH 2~5) 50 ml, 密塞, 用力振摇 5 min, 移入分液漏斗中, 弃去下层四氯化碳提取液约 5 ml 后, 接取约 10 ml 置加有 0.5 g 无水硫酸钠的带塞试管中, 密塞, 振摇, 静置得上清液作为提取液。

取脱水的四氯化碳和提取液, 分别注入 0.1 mm 厚的 KRS-5 液体池, 在 4000~400 cm⁻¹ 录制红外光谱图, 贮存, 计算机扣除四氯化碳空白后, 在 1260 cm⁻¹ 处量取峰高。录制的红外光谱见图 1~3。

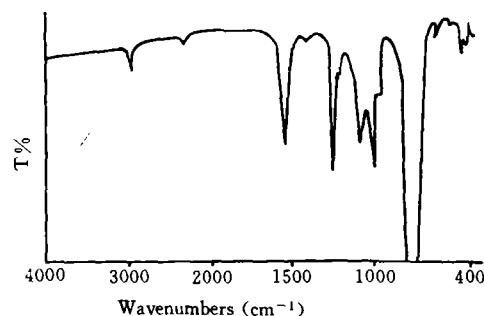


Fig 1. IR spectrum of CCl₄ (background)

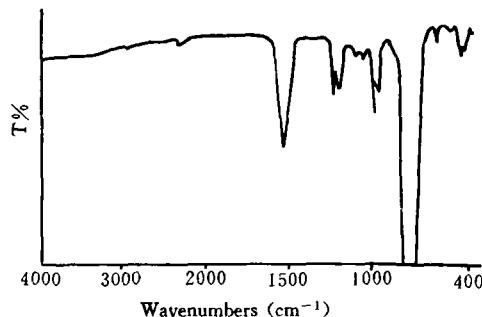


Fig. 2. IR spectrum of polydimethylsiloxane

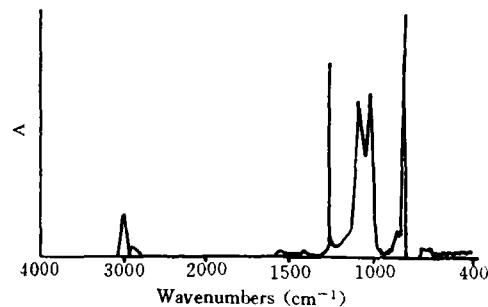


Fig. 3. IR spectrum of polydimethylsiloxane (deduct the background)

1.3 线性关系

取二甲基硅油对照品 100, 125, 150, 175, 200 mg, 精密称定, 参照“1.2”项下方法操作, 以二甲基硅油浓度与测得对应的峰高进行线性回归, 得回归方程为: $y = 12.929x + 0.9808$, $r = 0.9998$ 。

1.4 回收实验

取二甲基硅油约 100 mg, 乐健素胶囊内容物约 120 mg, 分别精密称定, 混合作回收样, 照“1.2”项下操作。计算回收率, 结果平均回收率为 101.1%, $RSR = 2.0\% (n=5)$ 。

1.5 样品测定

取三批样品照“1.2”项下操作, 用对照比较法计算含量, 与用重量法测定结果见表 1。运用统计学 *t* 检验法检查, 两种方法不存在显著性差异。

Tab. 1. Comparison between two methods in analysis of the preparation ($n=4$)

Batch No.	IR Method		WG Method	
	Content, %	RSR, %	Content, %	RSR, %
185	100.8	1.3	100.6	0.3
273	99.4	1.0	99.4	0.6
314	95.2	1.4	94.7	0.8

2 讨 论

1) 本文利用二甲基硅油的 $Si-CH_3$ 对称变形振动在 1260 cm^{-1} 处有较强较尖锐的特征吸收进行定量, 但提取二甲硅油的溶剂四

氯化碳在 1260 cm^{-1} 处也有较弱较纯的吸收, 对测定造成干扰, 曾在参比光路放置装有四氯化碳的液体池作空白消除, 由于样品池与空白池难配对一致, 效果不好。采用测定空白, 计算机贮存, 用作样品测定时扣除, 效果理想。

2) 四氯化碳沸点为 $77\text{ }^{\circ}\text{C}$, 在水中的溶解度为 1:2000, 用作二甲基硅油的提取溶剂比文献^[2]采用氯仿为好, 从回收结果看只需一步提取, 回收结果令人满意, 方法简便。

3) 由于四氯化碳也易于挥发, 提取液用注射器注入液体池应快速装样, 避免造成结果偏高。

致谢 叶振明老师给予大力支持与帮助。

参 考 文 献

- 1 中华人民共和国药典委员会编. 中华人民共和国药典. 二部. 北京: 化学工业出版社, 1995. 9
- 2 黄瑛、刘晓晴. 片剂、散剂中二甲基硅油含量测定的最优条件选择. 华西药学杂志, 1989, 4(2): 112
- 3 Doeden WG, Kushibab EM, Ingala AC. Determination of poly(dimethylsiloxanes) in fats and oils. *J Am Oil Chem Soc*, 1980, 57(2): 73
- 4 Fux P. Determination of trace amounts of polydimethylsiloxane in extracts of chemicals by proton nuclear magnetic resonance spectroscopy. *Analyst*, 1990, 115(2): 179
- 5 Fux P. Fourier-transform infra-red spectrometric determination of trace amounts of polydimethylsiloxane in extracts of plastics additives. *Analyst*, 1989, 114(4): 445
- 6 Yakutin Vl, Litvinenko SN, Gudashvili VM. Determina

- tion of polydimethylsiloxane rubber in extracts of siliconized paper by IR spectrometry. *Zhong Lub*, 1987, 53(12), 25
- 7 张叔良,易大年,吴天明编著. 红外光谱分析与新技术. 北京:中国医药科技出版社,1993. 150
- 8 陈允魁编著. 红外吸收光谱法及其应用. 上海:上海交通大学出版社,1993. 97
- 9 董庆年编. 红外光谱法. 北京:石油化学工业出版社,1977. 188

Determination of Polydimethylsiloxane in Meteospasmyl Capsules by IR

Zhang Yuying, Huang Jingyu, Hu Jiachi

Guangzhou Institute for Drug Control, Guangzhou 510160

Abstract This paper reports the determination of polydimethylsiloxane in Meteospasmyl capsules by IR. Polydimethylsiloxane was extracted from Meteospasmyl capsules with carbon tetrachloride. The solution was placed in a filled cell, the IR spectrum was recorded and the background was deducted with computer. Quantitative determination of polydimethylsiloxane was at 1260 cm^{-1} . A linear relation was obtained in the range of $4 \sim 8 \text{ mg/ml}$, $r = 0.9998$. The mean recovery was 101.1% ($n = 5$), and $RSD = 2.0\%$.

Keywords Meteospasmyl capsules; Polydimethylsiloxane; IR; Determination of content

[文摘 013] 正交实验设计筛选酒炙白芍的最佳炮制条件 杨中林,卢风兰,张琳等. 中药材,1996, 19(5):238

采用正交实验设计,以芍药甙的含量测定为指标,筛选酒炙白芍的炮制条件。其结果提示以加酒量5%,温度90℃,加热10 min为最佳炮制条件。

[文摘 014] 海龙科药用资源调查 张朝晖,徐国钧,徐培珊等. 中药材,1997, 20(5):224

对我国沿海海龙科药用动物资源调查结果表明,目前供药用的有7属12种,并就人工养殖问题作了分析。

[文摘 015] 吡乙酰胺合成工艺改进 王礼琛,芦金

荣,张德伟,黄嘉梓. 现代应用药学,1997, 14(1):29

以 α -吡咯烷酮和氯乙酸甲酯为原料,经缩合、氨解反应合成吡乙酰胺。并用正交设计和均匀设计试验优化反应条件,总收率达66%。

[文摘 016] 气质联用研究厚朴及其炮制品中挥发油 曾诠,周干南,屠万蔚等. 中草药,1997, 28(2):81

研究厚朴炮制前后挥发油的变化。结果表明:总含量降低,炒黄与姜炙厚朴相似,挥发油含量降低26%,炒焦降低42%,而其化学成分未发生明显变化,气相色谱图基本一致。实验发现挥发油中含有发汗、祛痰、平喘成分。