

·药物分析·

一阶导数分光光度法测定 盐酸麻黄碱滴鼻剂的含量

吴京平

(北京联合大学职业技术师范学院 北京 100011)

摘要 本文采用一阶导数分光光度法,不经分离直接测定盐酸麻黄碱滴鼻剂的含量,可以消除尼泊金乙酯的干扰,在 $5\sim 25\mu\text{g/ml}$ 的浓度范围内,具有良好的线性关系, $r=0.9999(n=5)$ 。平均回收率为 99.83% ,相对标准差为 0.49% 。方法简便快速,结果准确。

关键词 盐酸麻黄碱;滴鼻剂;一阶导数;分光光度法

First order derivative UV spectrophotometry of ephedrine hydrochloride nasal drops

Wu Jingping

(Normal College of Vocational and Technical Training of BUU Beijing 100011)

ABSTRACT The first order derivative UV spectrophotometry was for determination of ephedrine hydrochloride in its nasal drops to eliminate interference of ethyl p-hydroxybenzoate. A good linearity has shown in the concentration of $5\sim 25\mu\text{g/ml}$, $r=0.9999(n=5)$. The average recovery was 99.83% and cv was 0.49% . The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS ephedrine hydrochloride, nasal drops, first order derivative UV spectrophotometry

盐酸麻黄碱滴鼻剂为医院耳鼻喉科常用制剂,临床上主要用于治疗急性鼻炎、鼻窦炎及慢性肥大性鼻炎等症。其含量测定各地方制剂手册上多采用双相中和滴定,但该法滴定终点不明显,因而造成较大的误差。亦有文献报道采用紫外分光光度法^[1]、旋光法^{[2][3]}和 pH 指示剂吸收度比值法^[4]等进行含量测定。但对含有防腐剂尼泊金乙酯的盐酸麻黄碱滴鼻剂,由于在盐酸麻黄碱的最大紫外吸收波长处,尼泊金乙酯也有干扰吸收,采用一般的紫外分光光度法也无法测定,本文采用一阶导数分光光度法,不经分离,直接取样,可以消除尼泊金乙酯的干扰,较准确地测定盐酸麻黄碱的含量,方法简单易行,回收率好。与中和法比较结果亦令人满意。

一、仪器与试剂

WFZ-800D₃A 型紫外/可见分光光度计(北京第二光学仪器厂);普通 386 以上微机。

盐酸麻黄碱标准品(中国药品生物制品检定所);尼泊金乙酯(AR);氢氧化钠(AR);盐酸麻黄碱滴鼻剂(某医院)。

二、实验方法与结果

(一)光谱曲线的绘制

精密称取 105°C 干燥至恒重的盐酸麻黄碱标准品和尼泊金乙酯各适量,分别准确配制成含盐酸麻黄碱 $500\mu\text{g/ml}$ 、尼泊金乙酯 $150\mu\text{g/ml}$ 的水溶液作为贮备液。再精密吸取这二种贮备液各适量,分别用 0.04mol/L NaOH 溶液准确稀释成适当的浓度,于 1cm

石英比色皿中,用 0.04mol/L NaOH 溶液作参比,在 190~300nm 波长范围内,以 2nm 波长间隔,分别测定吸光度值,并将测定结果输入计算机,执行自编计算机导数图形分析程

序“DUV”,分别选择吸收光谱及一阶导数光谱即可完成各曲线的绘制,然后打印图形,结果参见图 1 和图 2。

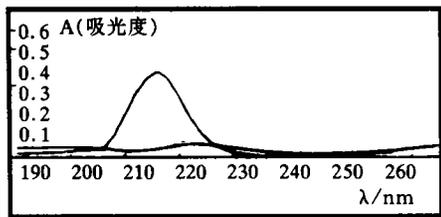


图 1 紫外吸收光谱

1. 盐酸麻黄碱 2. 尼泊金乙酯

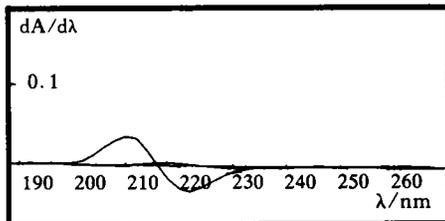


图 2 一阶导数光谱

1. 盐酸麻黄碱 2. 尼泊金乙酯

(二)测定波长的确定

分析紫外吸收曲线(图 1)可知,盐酸麻黄碱在 215nm 处虽有一较强吸收峰,但尼泊金乙酯也有干扰吸收,故采用普通的紫外分光光度法测定就会产生一定的干扰,使结果偏高。由一阶导数光谱(图 2)可知,盐酸麻黄碱在 190~300nm 波长范围内有一最大波峰(210nm)和波谷(222nm),而尼泊金乙酯在此波长范围内恰与基线重合,表明干扰可被消除。经三种不同浓度的反复测定,确定了最大波峰及波谷的位置正是 210nm 和 222nm,因而可用峰-谷法通过测定 ΔA 值 ($|\Delta A_{222} - \Delta A_{210}|$) 作为盐酸麻黄碱的定量信息。

$$\Delta A = (A_{211} - A_{209}) - (A_{223} - A_{221})$$

(三)稳定性考察

精密吸取盐酸麻黄碱贮备液及样品稀释液各适量,分别用 0.04mol/L NaOH 溶液准确稀释成含盐酸麻黄碱均为 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,于配制后立即测定,室温下放置后测定,结果表明加入氢氧化钠溶液后,前 10min 内稍有变化,10min 后稳定,2h 内其 ΔA 值不变。

(四)标准曲线的测定

精密吸取盐酸麻黄碱贮备液 1.0、2.0、3.0、4.0 和 5.0ml,分别于 5 个 100ml 容量瓶

中,用 0.04mol/L NaOH 溶液定容,混匀后以 0.04mol/L NaOH 溶液为参比,分别测定 209、211、221 和 223nm 处的吸收值,并将测定数值输入计算机,执行自编的回归分析程序“HG”,进行线性回归分析,打印图形(图 3),并给出 ΔA 关于浓度 C 的回归方程。

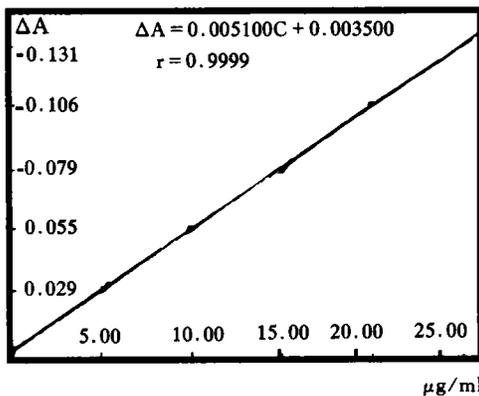


图 3 标准曲线

结果说明,在 5~25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内浓度 C 与 ΔA 值线性关系良好。

(五)不同浓度干扰组分的考察

准确配制盐酸麻黄碱浓度均为 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$,而尼泊金乙酯浓度各不相同(0~1.05 $\mu\text{g}/\text{ml}$)的系列混合液共 8 份,按照上法测定盐酸麻黄碱的吸收值,并求出 ΔA 值。结果参见表 1。

表1 不同浓度尼泊金乙酯共存下盐酸麻黄碱的 ΔA 值

盐酸麻黄碱浓度 $\mu\text{g/ml}$	20	20	20	20	20	20	20	20
民泊金乙酯浓度 $\mu\text{g/ml}$	0.00	0.15	0.30	0.45	0.60	0.75	0.90	1.05
ΔA	0.105	0.105	0.104	0.104	0.105	0.105	0.104	0.105

试验结果表明,在测定盐酸麻黄碱时,不同浓度的尼泊金乙酯对其几无干扰。

(六)回收率测定

按盐酸麻黄碱滴鼻剂处方^[5]比例配成6个模拟溶液,精密量取适量,用0.04mol/L

NaOH溶液稀释,使盐酸麻黄碱的浓度约为20 $\mu\text{g/ml}$ 。按照(四)项下方法测定 ΔA 值。

同时另设相应的标准对照品,同法测定 ΔA 值,用标准曲线法和标准品对照法分别进行测定。结果参见表2。

表2 回收率测定结果

加入量 ($\mu\text{g/ml}$)	标准曲线法		标准品对照法	
	回收量($\mu\text{g/ml}$)	回收率(%)	回收量($\mu\text{g/ml}$)	回收率(%)
20.00	19.67	98.35	19.95	99.75
20.11	19.81	98.51	20.18	100.35
20.06	19.80	98.70	19.82	100.20
19.98	19.66	98.40	19.82	99.20
20.14	19.91	98.86	20.17	100.15
19.94	19.58	98.16	19.80	99.30
平均回收率(%)	98.50		99.83	
CV(%)	0.26		0.49	

(七)样品测定

精密吸取盐酸麻黄碱滴鼻剂1ml于100ml容量瓶中,用蒸馏水定容,混匀后再准确吸取适量,用0.04mol/L NaOH溶液稀释,使配制成盐酸麻黄碱浓度为20 $\mu\text{g/ml}$ 的待测溶液,按照(四)项下具体方法测定 ΔA 值,同时另配制相应浓度的盐酸麻黄碱标准品溶液,作为对照品测定液,同法测定 ΔA 值,按标准品对照法计算含量,并与中和法^[5]进行比较,结果参见表3。

表3 样品含量测定结果(标示量%)^{*}

样品号	一阶导数法	中和法
1	99.1	98.9
2	100.2	100.8
3	100.6	100.3

^{*}均为三次测定的平均值

三、讨论

(一)本测定方法对样品无需任何预处理,直接取样测定,经计算机图形分析和数据处理,应用普通(手动式)分光光度计,就可完

成导数分光光度法的定量分析,操作简单,便于推广,更具有实际意义。

(二)英国药典一九九三年版已将导数分光光度法载入附录,并且规定所有测试液的温差不大于0.5 $^{\circ}\text{C}$ 。本文回收率试验结果说明,标准曲线法测得的回收率(98.50%)低于标准品对照法所测回收率(99.83%),进行测定时的温度差异,可能是原因之一,所以在对样品进行含量测定时,采用标准品对照法更为准确。

参考文献

- [1]宋勋.紫外分光光度法测定盐酸麻黄碱滴鼻液的含量.中国医院药学杂志,1986;6(7):24(312)
- [2]华君.用旋光法测定盐酸麻黄碱滴鼻剂含量.中国医院药学杂志,1986;6(5):24
- [3]张永祥.盐酸麻黄碱滴鼻剂的旋光分析.中国医院药学杂志,1990;10(2):84
- [4]张秋霞,张华安,阎正华.pH指示剂吸收度比值法测定盐酸麻黄碱滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量.中国医院药学杂志,1990;10(7):309
- [5]北京市卫生局编.制剂手册.人民卫生出版社,325