

表2 样品测定结果(n=5)

序号	平均百分含量(%)	平均百分标示量(%)	RSD(%)
1	0.2036	101.79	0.66
2	0.1925	96.27	0.72
3	0.208	103.98	0.46
4	0.2026	101.31	0.72

5. 样品测定 精密量取泻立宁合剂适量(相当于诺氟沙星约 4 μ g/ml),按上述回收试验项下操作方法,测定 ΔL ,输入 Excel7.0 中计算诺氟沙星的百分标示量结果见表2。

三、小结

1. 一阶导数光谱法直接测定泻立宁合剂中诺氟沙星的含量,不受制剂中其它组分的干扰,不需分离,快速简便,结果满意。

2. 虽然 UVPC37 软件有直接输出计算结果的能力,如果结合 Excel7.0 来计算,可以节省大量的时间。

参考文献

[1]叶之火. 诺氟沙星胶囊溶出度考察. 中国医院药学杂志,1992;27(2):94

紫外分光光度法和旋光法分别测定呋麻滴鼻剂中两组分的含量

徐敏 黄德华*

(浙江中医院 杭州 310006)

摘要 用紫外分光光度法测定呋麻滴鼻剂中呋喃西林的含量,用旋光法测定呋麻滴鼻剂中盐酸麻黄碱的含量。回收率试验与中和法比较,结果无显著性差异。用本法测定呋麻滴鼻剂的含量,方法简便,可靠,准确性高。

关键词 呋麻滴鼻剂;紫外分光光度法;旋光法;含量测定

呋麻滴鼻剂为五官科常用治疗鼻炎的外用制剂,浙江省医院制剂规范用中和法测定盐酸麻黄碱的含量,用比色法测呋喃西林的含量。中国医院制剂规范用中和法测定盐酸麻黄碱的含量,用紫外分光光度法测呋喃西林的含量。盐酸麻黄碱含手性碳原子,有旋光性,因此,我们考虑用旋光法测定盐酸麻黄碱的含量。

一、仪器与试剂

754-紫外分光光度计(上海第三分析仪器厂);WZZ-2自动旋光仪(上海物理光学仪器厂)。乙醇 AR,0.1mol/L NaOH 溶液(按中国药典二部附录配制),呋麻滴鼻剂(本院制剂室自制),呋喃西林(江苏苏州勤建制药厂,批号:890302);盐酸麻黄碱(江苏丹阳市制药厂,批号:950304)。

二、方法与结果

(一)盐酸麻黄碱的含量测定

1. 标准曲线的制备 精密称取盐酸麻黄碱 10g,置 100ml 容量瓶中,用水溶解并稀释到刻度,精取上述溶液 2、5、10、15、20ml,分别置 100ml 容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度。配成 2、5、10、15、20mg/ml 的盐酸麻黄碱溶液。使用 2d 测定管,以水为空白,在室温下测定其旋光度,以浓度对旋光度做线性回归。结果表明:在 2~25mg/L 内,线性关系良好。

浓度 mg/L	2	5	10	15	20
旋光度 α	0.120	0.325	0.665	1.025	1.345

回归方程为: $C = 14.6\alpha + 0.23796$ $r = 0.999$

2. 样品中麻黄碱的测定 使用 2d 测定管,以蒸馏水为空白,测定呋麻滴鼻剂的旋光度,代入回归方程,求含量 C。

$$\text{盐酸麻黄碱}\% = 10^{-1} \times C\%$$

* 日本卫材株式会社杭州办事处

(二) 呋喃西林的含量测定

1. 标准曲线的制备 精密称取经 105℃ 干燥至恒重的呋喃西林标准品 0.1g, 加蒸馏水加热使呋喃西林溶解, 置 500ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释到刻度, 配成 200μg/ml 的呋喃西林标准溶液。精取上述溶液 0.5, 1, 2, 2.5, 3, 4, 5ml, 分别置 100ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 配成 1, 2, 4, 5, 6, 8, 10μg/ml 的呋喃西林溶液, 以蒸馏水为空白, 在 375 ± 1nm 处测定其吸收度, 以浓度对吸收度做线性回归, 结果表明: 在 1 ~ 10μg/ml 浓度范围内线性关系良好。(r = 0.9999)

浓度 μg/ml 1 2 4 5 6 8 10
吸收度(A) 0.072 0.150 0.309 0.384 0.467 0.624 0.793

$$A = 0.1339 \quad B = 12.527$$

$$\text{回归方程 } C = 12.527A + 0.1339$$

2. 样品中呋喃西林的含量测定 精取呋麻滴鼻剂 3ml, 用蒸馏水稀释到 100ml, 以蒸馏水为空白, 在 375 ± 1nm 处测定其吸收度, 代入回归方程; 得样品中呋喃西林的含量 C。

$$\text{呋喃西林 \%} = \frac{1}{3} \times 10^{-2} C \%$$

(三) 中和法测定盐酸麻黄碱

精取呋麻滴鼻剂 5ml, 加中性乙醇 10ml, 准确加入酚酞指示液与麝香草酚蓝指示液各 3 滴, 在充分振摇下, 用氢氧化钠 (0.1mol/L) 滴定至显紫色, 即得, 每 1ml 的氢氧化钠相当于 20.17mg 的盐酸麻黄碱。

(四) 回收率

精密称取呋喃西林和盐酸麻黄碱, 模拟处方配制 3 份呋麻滴鼻剂, 分别用中和法和旋光法测定盐酸麻黄碱的含量, 用紫外分光光度法测定量呋喃西林的含量, 结果见下表 (表 1 和表 2)。

表 1 盐酸麻黄碱回收率

实际加入量 (g)	实际测得量 (g)		回收率 (%)	
	中和法	旋光法	中和法	旋光法
10.00	10.01	10.03	99.84 ± 0.3	100.07 ± 0.25
10.10	10.09	10.11		
10.30	10.25	10.28		

表 2 呋喃西林回收率

实际加入量 (g)	实际测得量 (g)	回收率 (%)
0.020	0.0205	
0.021	0.0213	101.66 ± 0.75
0.019	0.0192	

三、讨论

1. 盐酸麻黄碱含手性碳原子, 有旋光性, 可考虑用旋光法测定呋麻滴鼻剂中的盐酸麻黄碱的含量。与中和法结果比较, 结果无显著性差异, 旋光法操作简单、方便、快速, 准确度高, 可代替中和法测定呋麻滴鼻剂中盐酸麻黄碱的含量。

2. 盐酸麻黄碱在 375 ± 1nm 处几乎无吸收, 而呋喃西林却有最大吸收 (见图 1), 因此, 可以在 375 ± 1nm 处无需分离, 直接测定呋喃西林的含量。

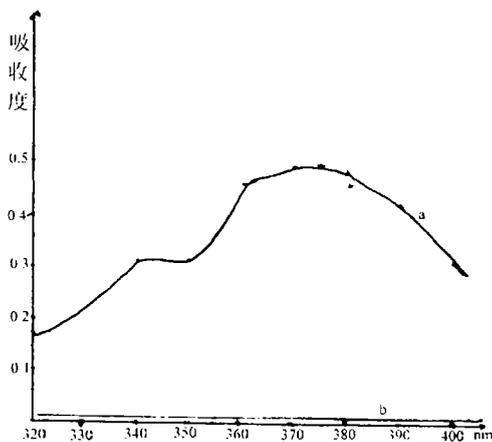


图 1 紫外分光吸收光谱

a 呋喃西林吸收曲线

b 麻黄素吸收曲线

3. 呋喃西林标准品, 按中国医院制剂规范的方法, 在 375 ± 1nm 波长处测紫外吸收度 (E_{1cm}^{1%} 为 790), 测定标准品含量为 99.99%。盐酸麻黄碱标准品用中和法测定, 用新标定的 0.1mol/L NaOH 标准溶液滴定, 测得含量为 99.98%。

4. 温度对盐酸麻黄碱旋光度的影响: 分别在 10℃、20℃、30℃、40℃ 温度下测定同一样品的旋光度, 结果表明: 在 10℃ ~ 40℃ 范围内旋光度基本无影响。

5.用紫外分光光度法测得呋喃西林的回率在 $375 \pm 1\text{nm}$ 波长处的微量吸收相加的结果。收率稍高一些,可能是由于尼泊尔金和麻黄碱

褶合光谱法测定复方雷琐辛醇溶液中三组分的含量

金文祥 杨军岭 金翠英* 朱臻宇

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 本文用褶合光谱法不经分离同时测定雷琐辛、苯酚、水杨酸的含量取得了较满意的结果。平均回收率(ER)和相对平均偏差(RSD)分别为 100.41%、100.22%、100.15%、1.04%、1.75%、1.50%。

关键词 褶合光谱法;雷琐辛;苯酚;水杨酸

Simultaneous determination of three components in compound resorcin alcoholic solution by convolution spectrometry

Jin Wenxiang, Yang Junlin, Jin Cuiying, Zhu Zhengyu

(College of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433)

ABSTRACT convolution spectrometry is employed to simultaneously determine resorcin, phenoli, salicylic acid without any preseparation, satisfactory results are obtained. The average recovery and relative standard deviation are 100.41%, 100.22%, 100.15%, 1.04%, 1.75%, 1.50% respectively.

KEY WORDS Convolution spectrometry, resorcin, phenol, salicylic acid

复方雷琐辛醇溶液是治疗干性皮脂溢出及皮脂溢出性皮炎的药物,其中主要成分雷琐辛,苯酚,它们的吸收光谱十分相似,相互重叠,用分光光度法分别测定其含量十分困难,我们采用褶合光谱法在不经分离的条件下,同时测雷琐辛、苯酚、水杨酸的含量,结果满意。

一、原理^[1,2]

本法的基本原理是将数学变换与数值计算有机结合起来即采用褶合变换技术,将物质对光吸收特性的变化,以数学分量(Q_0 — Q_5)的形式分离提取出来,构成一种由成百上千条褶合曲线组合起来的新的独立光谱体系—褶合光谱群。褶合光谱上的每一个值,都

与一段波长区间内物质的吸光特性相对应,它们从数学分量的角度反映物质对光的吸收特性。褶合光谱的定量关系式为: $Q_j = Q_j^{1\%} 1\text{cm} \times C \times L$, 式中 $j = 1—5$, $Q_j^{1\%} 1\text{cm}$ 为浓度为 1% 时的 Q_j 值,通过褶合变换,将吸光度与浓度之间的定量关系转换各组分的数学相关性,成为褶合光谱法混合物定量分析的基础,再结合应用当前最优秀的数值计算法—PLS 法进行分析,可以获得满意结果。

二、仪器与试剂

UV/VIS—WCI 褶合光谱仪(第二军医大学研制);雷琐辛、苯酚、水杨酸、无水乙醇均为 AR 纯,复方雷琐辛醇溶液(由解放军 85 医院提供)。

三、方法与结果

(一)线性考察^[3]

* 解放军第 85 医院药剂科