

现性好。

参考文献

- [1]黎阳. 中草药. 1994;25(8)
[2]寿国香等. 中草药. 1994;25(11)

- [3]张庆生等. 中国中药杂志. 1991;16(9)
[4]郭亚健等. 中国中药杂志. 1994;19(1)
[5]王杰民等. 中成药. 1991;13(4)
[6]李章万等. 药物分析杂志;10(6):1990

酸性染料比色法测定小儿 化痰止咳糖浆中盐酸麻黄碱的含量

祖鲁宁

(海军 404 医院药局 威海 264200)

小儿化痰止咳糖浆是含盐酸麻黄碱的常用复方制剂,盐酸麻黄碱是其中主要成分,由于受各组分干扰,难以直接测定含量,地方标准无含量测定方法^[1,2]。本文利用麻黄碱能随水蒸气蒸馏的性质^[3,4],在碱性条件下直接蒸馏将麻黄碱分离出来,再用酸性染料比色法测其含量,方法灵敏、准确、可靠。盐酸麻黄碱在 pH5.6 磷酸盐缓冲液中与溴麝香草酚兰形成稳定的黄色络合物,其氯仿提取液在 411nm 处有最大吸收,故可对其进行比色测定。

一、仪器与试剂

UV-3000 型分光光度计(日本岛津);盐酸麻黄碱为中国药品生物制品检定所产品; pH5.6 磷酸盐缓冲液、0.05% 溴麝香草酚兰溶液按中国药典 1995 版配制;其它试剂为分析纯。

二、方法与结果

(一)供试品溶液制备 精密吸取样品液 10ml,加水 120ml,加氢氧化钠 20g,蒸馏,收集馏液约 95ml,置 100ml 量瓶中,加水至刻度。精密吸取 5ml 置分液漏斗中,精密加入磷酸盐缓冲液 2ml,溴麝香草酚兰溶液 2ml,摇匀,精密加入氯仿 10ml 振摇提取,放置 3min,分取氯仿层。同法制得氯仿空白液,分别对两提取液在 340~500nm 波长处扫描。选定最大吸收波长 411 ± 1 nm 为测定波

长。

(二)标准曲线的制备 精密称取于 105℃ 干燥至恒重的盐酸麻黄碱对照品适量,制成每 1ml 中含 0.08mg 的溶液。精密吸取 1、2、3、4、5ml,分别加水至 5ml,按供试品溶液制备项下自“置分液漏斗中”起,依法操作。经回归处理,得回归方程为 $A = 0.0152 + 0.02258C$, $R = 0.9997$ 。

(三)加样回收率试验 精取已测知含量的样品液 10ml,准确加入定量的盐酸麻黄碱对照品,按供试品溶液制备项下操作,于 411nm 测定吸收度,按回归方程计算。结果平均回收率为 99.65%, $RSD = 0.97\%$ ($N = 6$)。

(四)稳定性试验 制备的供试品溶液室温放置 24h,测定结果基本无变化。

(五)样品测定 取样品液,按供试品溶液制备项下操作,于 411nm 波长处测定吸收度,按回归方程计算,结果见表 1。

表 1 小儿化痰止咳糖浆中盐酸麻黄碱的含量测定结果

批号	标示量(%)	RSD(%) (n=3)
960212	96.77	1.01
960518	98.19	0.95
961002	101.2	0.82
961125	97.34	1.13

三、讨论与小结

(一)本文采用水蒸汽蒸馏法蒸出麻黄碱,和制剂中的其它成分分离,提高了方法的专属性,小儿化痰止咳糖浆中的其它成分对测定无影响。

(二)含盐酸麻黄碱制剂的含量测定多采用中和法,小儿化痰止咳糖浆也可采用水蒸汽蒸馏法蒸出麻黄碱再用酸碱滴定,但中和法变色不明显,误差较大。

(三)实验过程中我们考察了溴麝香草酚兰溶液的用量、缓冲溶液的选择、络合时间等对测定的影响,结果以用 2ml 溴麝香草酚兰

溶液、pH5.6 磷酸盐缓冲溶液、络合时间 3min 为最佳,得到的吸收度最大。

(四)本法操作简便、快速、准确,在一般分光光度计上即可进行,便于推广。

参考文献

- [1]广西药品标准汇编.1993.117
- [2]浙江省药品标准.1993.21
- [3]金京顺.喘立宁胶囊中盐酸麻黄碱的含量测定.中国中药杂志.1994;19(1):30
- [4]张文婷,等.急支糖浆中盐酸麻黄碱的含量测定.现代应用药学.1994;11(5):37-8

甘油制剂检验方法的几项改进

许秀珍

(上海市浦东新区药品检验所 上海 201200)

摘要 甘油制剂含量测定时,采用精密称取一定克数,再经换算得到毫升数,操作简单、精确,避免了由于甘油的粘度带来的吸取困难和误差。苯酚甘油滴耳液中苯酚鉴别方法,先用乙醚提取再加三氯化铁试液能正确显示苯酚的鉴别反应,避免了不提取时甘油所产生的干扰。

关键词 甘油制剂;附着液;苯酚;三氯化铁;乙醚;软硬碱(SHAB)原则

甘油制剂是以甘油作基质配制而成的外用制剂。医院常用的有:糊剂、滴耳液和口腔制剂等。由于甘油具有粘稠度较大,使药物在局部滞留时间较长、疗效持久,但也一定程度上影响检验的准确性。为此,我们对甘油制剂的检验方法和操作方法进行一些探讨和改进。

一、测定含量的取样方法的改进

在含量测定时,大部分制剂要求精取一定毫升数,再用仪器分析或容量分析进行含量测定。

甘油很粘稠,用吸管精取会带来操作上的困难和误差。这是由于:①用吸管吸取粘稠的甘油比较困难,尤其是室温较低的情况下更加明显;②操作规程中往往要求用少量

水洗出移液管内壁的附着液。在操作中吸管吸取时往往先将甘油剂吸到刻度以上,再回至刻度线上,这样刻度以上的吸管壁上也有附着液,当用水清洗刻度线下的附着液时,会把这部分附着液一起洗下,从而影响取样的精确度。③当吸管放完样品时,尖端应滞留一定的量属于正常,用水洗后,把滞留在吸管尖端的样品也一同洗下,使样品量增多,影响体积的准确性。④用水洗下吸管内壁的附着液时,是否洗干净,也影响着取样的精确度。

针对以上存在问题,笔者作了以下的改进:

把精密量取一定毫升数改成精密称取一定克数,然后再按现行标准进行含量测定。

精密称取克数 = 精密量取毫升数 ×