

· 药物分析和鉴定 ·

二阶导数紫外分光光度法 测定氯麻滴鼻剂中盐酸麻黄素含量

成都军区总医院药局 姜云平

氯麻滴鼻剂^[1]是治疗化脓性鼻炎、急性鼻炎、鼻窦炎的常用制剂。其氯霉素的含量测定采用紫外分光光度法^[2]在波长 278 nm 处直接测定。目前盐酸麻黄素含量测定有容量法^[2,3]，其缺点是滴定终点不易掌握，测量误差大。笔者采用二阶导数紫外分光光度法，对氯麻滴鼻剂中的盐酸麻黄素进行测定，操作简便，准确度高。

一、仪器与试剂

BECKMAN DU-70 型分光光度计(美国)。盐酸麻黄素和氯霉素(中国药典 1985 年版)。氯麻滴鼻剂(医院自制)。

二、导数光谱的测定

按处方比例分别配制盐酸麻黄素(40 μg/ml)和氯霉素(10 μg/ml)的水溶液，在分光光度计上以扫描速度 300 nm/min，狭缝 2 nm，从 300 nm~200 nm 测定零阶光谱(图 1)。利用仪器的求导功能，以 Δλ 4 nm 显示一阶导数光谱(图 2)。以 Δλ 4 nm 显示二阶导数光谱(图 3)。由图可见零阶光谱和一阶导数光谱无法消除氯霉素的干扰。在二阶导数光谱中，盐酸麻黄素在 218.5 和 215.5 nm 处有一明显的峰和谷，而氯霉素在这两个峰(谷)导数值近似相等，故不再干扰，采用峰—谷法能测定盐酸麻黄素的含量。

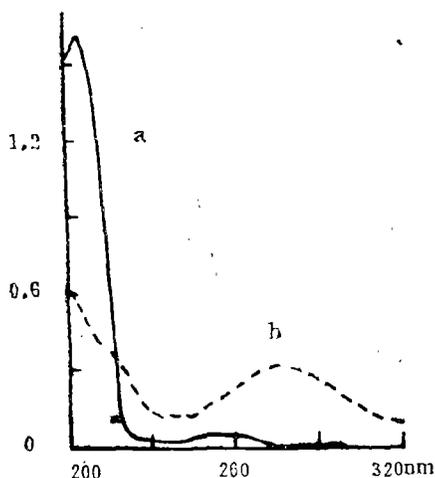


图 1 零阶光谱

a. 盐酸麻黄素 b. 氯霉素

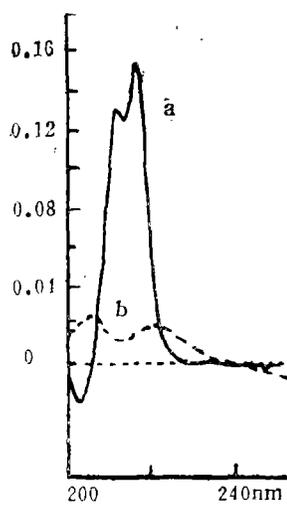


图 2 一阶导数光谱

a. 盐酸麻黄素 b. 氯霉素

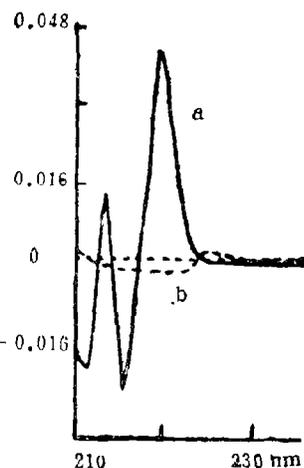


图 3 二阶导数光谱

a. 盐酸麻黄素 b. 氯霉素

三、标准曲线的制备

精密称取盐酸麻黄素粉约 50 mg, 置 100 ml 容量瓶中, 分别稀释成 5~75 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的不同浓度, 在波长 225~210 nm, 扫描速度 300 nm/min, 狭缝 2 nm, $\Delta\lambda$ 4 nm, 以蒸馏水为空白, 绘制二阶导数光谱, 在 218.5 和 215.5 nm 附近测定最大振幅值 (H)。经线性回归 (n=5) 得: $C = 590.391 H - 0.607$ ($\mu\text{g}/\text{ml}$), $r = 0.9999$, 实验证明, 在浓度 5~50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内, 振幅值(H)与浓度(C)的线性关系良好, 符合 Beer 定律。

四、回收率试验

按处方精密称取盐酸麻黄素, 配制模拟氯麻滴鼻剂。精密量取 1 ml, 置 250 ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。按标准曲线制备的测定条件, 绘制二阶导数光谱, 测定最大振幅值, 由回归方程得出浓度, 计算回收率。5 份测得平均回收率为 100.46% \pm 0.31% (SD)。

五、样品的测定

精密量取 1 ml 氯麻滴鼻剂置 250 ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。按标准曲线制备的测定条件, 绘制二阶导数光谱, 测

定最大振幅值, 由回归方程得出浓度, 计算氯麻滴鼻剂中盐酸麻黄素的百分标示量。同时以容量法^[2]测定, 结果见表 1, 两种方法测定结果无显著差异 ($P > 0.05$)。

表 1 样品测定结果 (n=3)

批号	二阶导数光谱法		容量法	
	含量 (%)	CV%	含量 (%)	CV%
I	101.93	0.24	101.76	1.20
II	103.57	0.82	102.85	1.32
III	99.68	0.57	99.55	1.53

六、讨论

1. 本二阶导数光谱, 用峰一谷、基线一谷和峰一基线法均可定量, 但从回收率试验结果看, 还是采用峰一谷法最理想。

2. 本实验证明: 采用二阶导数光谱法测定盐酸麻黄素, 可排除氯霉素的干扰, 方法简便、易行、准确。

参考文献

- [1] 北京市卫生局编. 制剂手册第一版, 北京: 人民卫生出版社, 1983: 327
- [2] 施永初等. 现代应用药学. 1987; 4(5): 26
- [3] 成都军区后勤部编. 制剂规范. 1985: 256

复方葛根片的质量控制方法探讨

济南军区总医院药剂科 张卫星 马德林 张岩 高燕

复方葛根片 (冠舒片) 收载于 85 版中国人民解放军药品制剂规范^[1], 本品是由葛根、茵陈、丹参、元胡 4 味经提取制成的复方片剂, 用于治疗冠心病, 心绞痛、心肌梗塞, 临床应用近 20 年来, 疗效确切, 效果较好。本品目前尚无质量控制标准, 为控制该制剂质量和确保临床疗效, 对其总黄酮及元胡全碱含量测定方法进行了探讨, 所拟方法准确, 简便易行, 可作为冠舒片的质量控制方法。

一、复方葛根片总黄酮测定

1. 标准曲线绘制: 精密称定 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的芦丁标准品 67.7 mg, 加甲醇溶解于 50 mL 容量瓶中并至刻度, 精密吸取 10 ml 于 50 ml 容量瓶中, 加水至刻度, 分别吸取 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 ml 于 25 ml 容量瓶中, 各加 5% NaNO_2 溶液 1 ml, 摇匀、放置 6 min; 加 10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 1 ml, 摇匀, 放置 6 min; 加 4%