

二阶导数紫外光谱法测定镇咳宁糖浆中盐酸麻黄碱的含量

张伟英(东阳 322100 浙江东阳市人民医院)

摘要 目的:测定镇咳宁糖浆中盐酸麻黄碱的含量。方法:采用二阶导数紫外光谱法,读取盐酸麻黄碱在 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长吸收度。结果:线性范围为 $19.44 \sim 68.04\mu\text{g/ml}$ ($r = 0.9993$),回收率为 100.2% , RSD 为 1.9% 。结论:该方法简便准确

关键词 二阶导数紫外光谱法;镇咳宁糖浆;盐酸麻黄碱

Determination of ephedrine hydrochloric acid in Zhenkening Tangjiang by second derivative ultraviolet spectrum

Zhang Weiying(Zhang WY)(The People's Hospital of Dongyang, Dongyang 322100)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determine the content of ephedrine hydrochloric acid in Zhenkening Tangjiang. **METHODS:** Determine the absorptivity of ephedrine hydrochloric acid at the wavelength of $214.2 \pm 1\text{nm}$ by second derivative ultraviolet spectrum. **RESULTS:** Linear range was $19.44 \sim 68.04\mu\text{g/ml}$ ($r = 0.9993$). The recovery was 100.2% , RSD was 1.9% . **CONCLUSION:** The method is simple and of accuracy.

KEY WORDS second derivative ultraviolet spectrum, Zhenkening Tangjiang, ephedrine hydrochloric acid

镇咳宁糖浆由甘草流浸膏、桔梗酊、盐酸麻黄碱、桑白皮酊组成。具有镇咳祛痰之功效,常用于治疗伤风咳嗽、支气管炎及哮喘等。原质量标准^[1]尚无定量项目,笔者查阅了有关资料^[2],采用二阶导数紫外光谱法测定镇咳宁糖浆中盐酸麻黄碱的含量。本方法简单,结果可靠。

实验与结果

1 仪器与试剂

UV-260 紫外分光光度计(品津);盐酸、氢氧化钠、无水乙醚(分析纯);盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:714-9202)。

2 对照品溶液的配制

精密称取 115°C 干燥至恒重的盐酸麻黄碱对照品 45.1mg ,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解,并稀释至刻度,摇匀即得对照品溶液。

3 供试品溶液的制备

精密吸取镇咳宁口服液 5ml 于烧杯中,加水 15ml ,用 0.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 12 ,然后加入氯化钠至饱和,定量移至分液漏斗中,用无水乙醚萃取 5 次,第 1 次为 20ml ,以后各次均为 15ml ,合并乙醚提取液,挥干,用 0.1mol/L 盐酸溶液在 60°C 水浴上溶解,定量转移至 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液定容,摇匀,滤过,即得供试品溶液。

4 空白对照溶液制备

精密吸取未加盐酸麻黄碱的镇咳宁口服液空白样品 5ml ,按供试品溶液制备项下的方法操作,制备空白对照溶液。

5 测定条件的选择

5.1 零阶与二阶导数光谱的绘制:吸取对照品溶液 5.0ml ,加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至 25.0ml ,另取供试品溶液,空白对照溶液,分别以 0.1mol/L 盐酸溶液为空白,在 $205 \sim 250\text{nm}$ 波长范围内测定各自的零阶和二阶导数光谱,供试品溶液和对照品溶液的二阶导数光谱于 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处有一吸收峰,而空白对照溶液二阶导数光谱在此波长处几乎无吸收,因此,选择二阶导数光谱法测定样品中盐酸麻黄碱的含量,可消除其他组分的干扰。

5.2 测定条件:波长范围 $205 \sim 250\text{nm}$,狭缝 1nm , $\Delta\lambda = 1\text{nm}$ 快速扫描,读取 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处的振幅值。

6 标准曲线的制备

精密吸取对照品溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液配成每毫升含盐酸麻黄碱 0.243mg 的溶液,分别精密吸取此溶液 $2,3,4,5,6$ 和 7ml 置于 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸至刻度,摇匀,以 0.1mol/L 盐酸溶液为空白,按上述测定在二阶导数光谱,读取 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处的振幅值(振幅值以吸收度 A 代替,以下均同),以

振幅为 Y , 相应的浓度为 X 进行回归处理, 得回归方程: $Y = 10.350X - 0.01187$, $r = 0.9993$, 线性范围 $0.01944 \sim 0.06804\text{mg/ml}$ 。

7 回收率试验

精密吸取未加盐酸麻黄碱的镇咳宁口服液 5ml 于烧杯中, 精密加入盐酸麻黄碱对照品溶液 5ml, 加水 10ml, 摇匀, 按样品测定项下操作, 测得振幅代入回归方程, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

编 号	加入量(mg)	振 幅	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	4.51	0.465	102.2		
2	4.51	0.455	100.0		
3	4.51	0.441	97.1	100.2	1.9
4	4.51	0.459	100.9		
5	4.51	0.459	100.9		

8 样品的测定

精密吸取镇咳宁口服液样品 5ml 于烧杯中, 加水 15ml, 用 0.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 12, 然后加入氯化钠至饱和, 定量移至分液漏斗中, 用无水乙醚萃取 5 次, 第 1 次为 20ml, 以后各次均为 15ml, 合并乙醚提取液。挥干, 用 0.1mol/L 盐酸溶液在 60℃ 水浴上溶解, 定量转移至 100ml 量瓶中, 用 0.1mol/L 盐酸溶液定容, 摇匀, 滤过, 取滤液在上述测定条件下, 以 0.1mol/L 盐酸溶液为空白, 测定其二阶导数光谱, 读取 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处的振幅值; 另取对照品溶液, 测得其二阶导数光谱读出 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处的振幅, 计算样品中盐酸麻黄碱的标示百分含量, 结果见表 2。

9 稳定性试验

表 2 样品测定结果

编 号	振幅值	标示百分含量(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	0.442	97.4		
2	0.450	99.1		
3	0.444	97.8	97.7	1.1
4	0.444	97.8		
5	0.437	96.3		

供试品放置 24h 后, 依法测定其二阶导数光谱, 读出 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处的振幅, 结果表明振幅几乎没有变化, 从 0.556 至 0.551。结果表明本方法稳定性好。

10 精密度试验

对同一供试品溶液依法 5 次测定其二阶导数光谱, 读出 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处的振幅, 结果 5 次振幅分别为 0.442, 0.438, 0.449, 0.452 和 0.436, RSD 为 1.6%, 结果表明本法的精密度较好。

11 重现性试验

由 2 人依法测定同一批号样品二阶导数光谱 $214.2 \pm 1\text{nm}$ 波长处的振幅, 结果见表 3。

表 3 重现性试验

人 名	振 幅					RSD(%)
甲	0.442	0.450	0.444	0.444	0.437	1.1
乙	0.441	0.442	0.446	0.437	0.439	0.8

参考文献

- 1 中国药典. 1995:635.
- 2 王宝森. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京: 中国医药科技出版社, 1994:200.