

0.5% 盐酸麻黄碱滴鼻液含量测定方法研究

殷慧弘, 陆国红, 李肖玲 (上海第二医科大学附属仁济医院药剂科, 上海 200001)

摘要:目的 建立 0.5% 盐酸麻黄碱滴鼻液的含量测定方法。方法 比较旋光度法, 酸碱滴定法, 两种测定 0.5% 盐酸麻黄碱滴鼻液的方法, 挑选一种最佳的含量测定方法。结果 旋光度法在 2.5 ~ 20 mg/mL 之间线性关系良好 ($r = 0.99998$), 平均回收率为 100.8%, $RSD = 0.054\%$ 。结论 旋光度法简便快速, 结果可靠可用于测定 0.5% 盐酸麻黄碱滴鼻液。

关键词: 旋光度法; 盐酸麻黄碱; 滴鼻液

中图分类号: R917.7; R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2003)06-0521-02

Determination of ephedrine hydrochloride in 0.5% ephedrine hydrochloride nasal drops

YIN Hui hong, LU Guo hong, LI Xiao ling (Department of Pharmacy, Renji Hospital, Shanghai Second Medical University, Shanghai 200001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop a method for determination of ephedrine hydrochloride in nasal drops. **METHOD** Select the better method by comparing acid-base titration with polarimetry. **RESULTS** The polarimetry was more suitable to analysis of ephedrine hydrochloride. The assay was linear over the range of 2.5-20 mg/mL ($r = 0.99998$). The average recovery was 100.8% with the $RSD = 0.054\%$. **CONCLUSION** The polarimetry is simple, rapid and accurate, which can be used for quantitative analysis of 0.5% ephedrine hydrochloride nasal drops.

KEY WORDS: polarimetry; ephedrine hydrochloride; nasal drops

0.5%盐酸麻黄碱滴鼻液是本院常用的非处方制剂,处方组成为盐酸麻黄碱0.5g,羟苯乙酯(尼泊金乙酯)0.025g,氯化钠0.76g加水至100mL。所选的测定方法是“酸碱滴定法”。但该法须用乙醚提取,观察颜色变化。由于不同的操作人员之间有视差,所以误差较大。而盐酸麻黄碱除了此法以外,还可用旋光度法测定。本实验通过实验比较这两种方法,选择一个快速简便,误差小的含量测定方法。

1 仪器与试剂

WZZ-1 自动指示旋光仪

盐酸麻黄碱标准品,其余试剂均为分析纯。

0.5%盐酸麻黄碱滴鼻液 批号:010827,011204,020108,020806 均为本院制剂。

2 方法与结果

2.1 旋光度法:将样品置旋光仪测定管中,直接读数。

2.1.1 标准曲线制备:精密称定盐酸麻黄碱标准品适量,用水溶解,配成系列溶液,置旋光仪中,直接读数,测得旋光读数与浓度对应值见表1,以浓度为横坐标,以旋光度为纵坐标,绘标准曲线。经直线回归,求出回归方程。

$$0.070478 C - 0.000358 = \alpha \quad r = 0.99998$$

表1 旋光度法标准曲线制备结果(n=6)

$\alpha(^{\circ})$	C (mg/mL)	$\alpha(^{\circ})$	C (mg/mL)
0.172	2.491	0.703	10.00
0.355	5.000	1.055	15.00
0.531	7.496	1.410	20.00

2.1.2 回收率实验:精密称定约0.35,0.5,0.65g的盐酸麻黄碱置100mL的量瓶中,按处方加入其他辅料,加水溶解至刻度,置旋光仪中测定,读数。结果见表2。

表2 旋光度法回收率实验结果

Tab 2 Recovery of ephedrine hydrochloride by polarimetry

C (mg/mL)	回收率(%)	平均回收率	RSD
3.502	100.8		
3.507	100.8		
3.504	100.7		
5.002	100.8		
5.005	100.8	100.8%	0.054%
5.001	100.8		
6.504	100.8		
6.507	100.9		
6.500	100.8		

2.2 酸碱滴定法回收率实验:精密称取盐酸麻黄碱适量至100mL量瓶中,按处方加入其他辅料,加水至刻度,再精密吸取上述溶液适量于三角烧瓶中,加中性乙醚10mL,酚酞指示液3滴,麝香草酚蓝指示液2滴,用0.1mol/L NaOH 滴定液(F=0.9999)滴至水层呈持久的紫红色。结果见表3。

表3 酸碱滴定法回收率实验结果

Tab 3 Recovery of ephedrine hydrochloride by acid-base titration

样品量 (mg)	应消耗滴定量(mL)	实际消耗滴定量(mL)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD (%)
62.275	3.08	3.00	97.40		
61.245	3.03	2.99	98.68		
62.44	3.09	3.02	97.73		
100.04	4.96	4.95	99.80		
105.007	5.20	5.22	100.4	98.78	1.27
100.00	4.96	5.00	100.81		
125.04	6.19	6.09	98.38		
126.01	6.23	6.07	97.43		
125.65	6.21	6.11	98.39		

2.3 精密度试验:将批号为020806的样品于d1,d2,d3分别用酸碱滴定法,旋光度法测定其含量,计算标示量,见表4。

表4 精密度试验结果

Tab 4 Result of precision test

方法	d1	d2	d3
酸碱滴定法	103.23%	103.34%	103.25%
旋光度法	102.78%	102.84%	102.70%

2.4 旋光度法温度影响试验:精密称定盐酸麻黄碱约2.5g,按处方加入其他辅料,加水至500mL,于不同温度测定其旋光度。温度(℃)为5,10,15,20,25,30,35时,旋光度 α 分别为0.350,0.345,0.345,0.345,0.345,0.345,0.345,0.355。

2.5 样品测定:取4批样品分别用酸碱滴定法,旋光度法测定含量计算标示量,结果见表5。

表5 样品测定结果

Tab 5 The contents of ephedrine hydrochloride in samples

批号	酸碱滴定法(%)	旋光度法(%)
010827	102.9	102.3
011204	100.8	100.2
020108	101.6	101.1
020806	103.2	102.8

3 结论与讨论

3.1 通过上述实验可看出,两个方法都可用于测定0.5%盐酸麻黄碱滴鼻液,回收率都符合要求,而且精密度都很好。

3.2 酸碱滴定法比较复杂,不同操作人员在对颜色的观察上有视差,结果较难判断。旋光度法由于直接测定,所以最简便,误差最小而且数据稳定,不同操作人员之间的差别也最小。故建议用旋光度法取代酸碱滴定法测定0.5%盐酸麻黄碱滴鼻液,符合医院制剂含量测定准确,快速的要求。

3.3 由于旋光度法易受温度变化影响,作者通过温度影响试验,发现在10~30℃之间,旋光度几乎无变化,所以在日常测定中选择20℃为最佳。

3.4 作者也曾按中国药典二部所载紫外分光光度法测定本制剂,但由于有尼泊金乙酯的干扰,影响主药的含量测定结果。银量法由于有氯化钠的干扰也不行。

收稿日期:2002-11-26