

复方麻黄碱滴鼻剂的含量测定

解放军三二二医院 施永初 翟 青

复方麻黄碱滴鼻剂^[1](下称氯麻液)用于治疗化脓性鼻炎的常用制剂,处方中主要成分有氯霉素0.25%,盐酸麻黄碱1%,氯化钠0.59%。前两者在紫外区均有吸收。根据两者吸收光谱曲线特征,我们应用紫外分光光度法测定氯霉素含量,用容量法测定盐酸麻黄碱和氯化钠含量。结果满意,方法简便易行。现介绍如下:

一、仪器与药品

氯霉素 符合中国药典标准(1977年版)

盐酸麻黄碱 符合中国药典标准(1977年版)大同制药厂 830516

53W紫外分光光度计 上海光学仪器厂

二、氯霉素与盐酸麻黄碱吸收光谱曲线的测定

1. 氯霉素吸收光谱曲线的测定

取0.25%氯霉素溶液1ml,用蒸馏水稀释成100ml,以蒸馏水为空白,用1cm石英吸收池在200—400nm之间测定其吸收度。

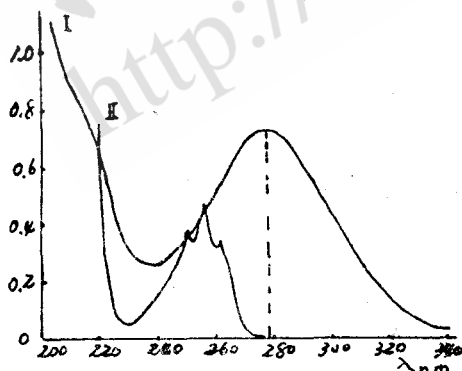


图1 氯霉素(I)盐酸麻黄碱(II)
紫外吸收光谱曲线

结果:在278nm波长处有最大吸收,其吸收光谱曲线见图1。

2. 盐酸麻黄碱的吸收光谱曲线的测定

取1%盐酸麻黄碱溶液5ml,用蒸馏水稀释成100ml,以蒸馏水为空白,用1cm石英池在200—300nm之间测定其吸收度。结果:在256.4nm处有最大吸收,其吸收光谱曲线见图1。

三、氯霉素标准曲线的绘制

以蒸馏水为溶剂,准确配制浓度分别为每ml内含有氯霉素5、10、15、20、25、30μg的氯霉素溶液,用1cm石英吸收池以蒸馏水为空白,在278nm波长处分别测定其吸收度A,其结果依次为0.153、0.3025、0.4495、0.5993、0.7545、0.901。

以浓度为横坐标,吸收度为纵坐标在方格纸上作图,各点在一条直线上(见图2)。

以上6组数据进行回归处理,得如下回归方程:

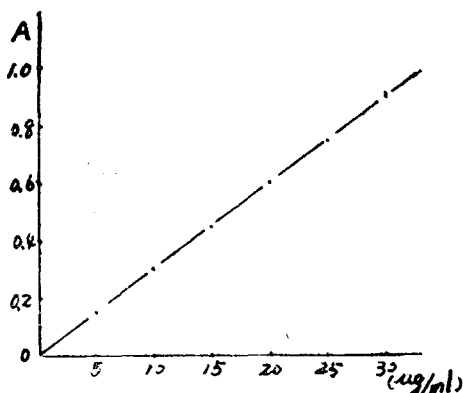


图2 氯霉素的标准曲线

$$A = 0.002053 + 0.029976C (\mu\text{g/ml})$$

$$r = 0.9999$$

四、氯麻液中氯霉素的含量测定

根据氯霉素和盐酸麻黄碱吸收光谱曲线特征,在278nm波长处氯霉素有最大吸收,而盐酸麻黄碱几乎没有吸收,不干扰氯霉素的含量测定,因此在287nm波长处直接测定氯霉素的含量,方法如下:

精取检品(氯麻液)0.8ml置于100ml容量瓶中,加蒸馏水至刻度,取此溶液用1cm石英吸收池,以蒸馏水为空白,在278nm波长处测定吸收度A,用下式计算含量。

$$\text{氯霉素}\% = (41.7A - 0.0856)$$

$$\times 10^{-2} (\%)$$

$$\text{氯霉素标示量的}\% = 166.8A$$

$$- 0.3425 (\%)$$

五、氯霉素的回收率试验

准确投入一定量的氯霉素,加不同量的盐酸麻黄碱或氯化钠在278nm波长处测定吸收度,计算含量和回收率,结果列于附表。

附表 氯霉素的含量和回收率

序 号	盐酸麻黄 碱加入量 (mg)	氯化钠 加入量 (mg)	氯 霉 素		
			加入量 (mg)	测得量 (mg)	回 收 率 (%)
1			1.3265	1.32088	99.58
2	47.27		1.3265	1.32755	100.08
3	47.27		1.666	1.66115	99.71
4		45.00	1.666	1.67116	100.31
5	18.91	90.00	2.499	2.4918	99.71
6	37.81		3.332	3.349	100.51
$\bar{x} \pm S$			99.98 $\pm$ 0.38		

六、盐酸麻黄碱和氯化钠的含量测定

盐酸麻黄碱^[2]: 精取检品3.0ml,加蒸馏水8ml,中性氯仿乙醇等量混合液10ml,酚酞指示液和麝香草酚兰指示液各3滴,用N/10氢氧化钠液滴定至水层淡紫红色。

$$\text{盐酸麻黄碱}\% = 0.6732$$

$$V_{\text{NaOH}} \cdot F_{\text{NaOH}} (\%)$$

$$\text{盐酸麻黄碱标示量的}\% = 67.32$$

$$V_{\text{NaOH}} \cdot F_{\text{NaOH}} (\%)$$

氯化钠: 精取检品2.0ml,加蒸馏水8ml,铬酸钾指示液1滴,用N/10硝酸银液滴定至砖红色。

$$\text{氯化钠}\% = 0.29225(V_{\text{AgNO}_3}$$

$$\cdot F_{\text{AgNO}_3} - \frac{2}{3} V_{\text{NaOH}} \cdot F_{\text{NaOH}}) (\%)$$

$$\text{氯化钠标示量的}\% = 49.53(V_{\text{AgNO}_3}$$

$$\cdot F_{\text{AgNO}_3} - \frac{2}{3} V_{\text{NaOH}} \cdot F_{\text{NaOH}}) ((\%)$$

注: V_{NaOH} 、 V_{AgNO_3} 、 F_{NaOH} 、 F_{AgNO_3} 为测定中耗标准液的体积(ml)和校正因素。

七、讨论与小结

1. 从氯霉素和盐酸麻黄碱的吸收光谱曲线来看,278nm波长处氯霉素有最大吸收,而盐酸麻黄碱吸收极少(0.25%氯霉素液稀释20倍时,吸收度为0.002),测氯霉素含量时,将氯麻液稀释125倍,盐酸麻黄碱的吸收度就更小,可不计。根据氯霉素和盐酸麻黄碱的吸收光谱曲线特征,我们在278nm波长处直接测定氯霉素含量,结果满意,回收试验好,不受盐酸麻黄碱和氯化钠的影响。

2. 从实践中得出,在256.4nm波长处,盐酸麻黄碱有最大吸收,此波长处氯霉素也有很大吸收。氯麻液在256.4nm波长处的吸收度是盐酸麻黄碱和氯霉素的吸收度之和。从处方中两者比例来看,用紫外法测定时,若稀释倍数大,盐酸麻黄碱浓度低,吸收度低,误差大。若稀释倍数小,氯霉素的浓度高,吸收度太大,超出了仪器测定范围。同时我们试用双波长法测定盐酸麻黄碱的含量,结果很不理想,误差大,并发现盐酸麻黄碱在氯霉素存在时吸收度不稳定,在测定中吸收度不断下降。因此氯麻液中盐酸麻黄碱不能应用紫外法测定,仍应用容量法测定。

参 考 文 献

[1] 北京市卫生局编,制剂手册第1版 人民卫生出版社 1983,327

[2] 樊瑞霞: 中国医院药学杂志 6:24 1984