

一阶导数紫外光谱法测定盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量

陈华文*

(广西北海市人民医院药剂科, 广西 北海 536000)

[摘要] 目的: 建立一阶导数光谱法测盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液中盐酸麻黄碱含量的方法。方法: 用一阶导数光谱法直接测定盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液中盐酸麻黄碱含量, 在 215.7 nm 波长处测定麻黄碱的谷-零振幅 D 值。结果: 盐酸麻黄碱在 5.15~ 25.75 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好, 其回归方程为 $D = 2.691 \times 10^{-3} C + 2.820 \times 10^{-3}$ ($r = 0.9997$); 平均回收率 99.94%, RSD= 1.48% ($n = 5$), 重复性良好。结论: 方法操作简单、准确, 可以用于测定该制剂中盐酸麻黄碱含量。

[关键词] 盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液; 麻黄碱; 一阶导数光谱法; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)08-0029-03

盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液是我院制剂, 处方由盐酸麻黄碱、强的松龙、羟苯乙酯等组成, 主治鼻炎、鼻窦炎、过敏性鼻炎, 方中盐酸麻黄碱具收缩鼻黏膜毛细血管, 减轻充血水肿的作用, 对盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量进行测定, 有利于该制剂的质量控制及减少临床应用的不良反应。笔者经过试验后发现, 采用一阶导数紫外分光光度法^[2]可不经分离直接测定盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量, 且结果理想。

1 仪器与试剂

仪器 MV-1201 型双光束紫外可见分光光度计 (北京瑞利分析仪器公司), BP-211D 型电子天平 (德国 SARTORIMS 公司), 超声波发生器 (上海 SBS2200); 麻黄碱对照品 (中国药品生物制品检定所提供); 盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液由本院制剂室提供。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 样品溶液 精密量取盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液 5 mL, 置于 100 mL 量瓶中, 加入乙醇适量, 超声 2~ 3 min, 用乙醇稀释至刻度, 作为样品贮备溶液。精密吸取样品贮备溶液 2 mL, 置于 50 mL 量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 即得。

2.1.2 对照品溶液 精密称取于 105 °C 干燥至恒重的盐酸麻黄碱对照品 10.30 mg 于 100 mL 量瓶中, 加入乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 使之成为盐酸麻黄碱标准储备液, 备用。精密量取盐酸麻黄碱储备液适量, 制备盐酸麻黄碱对照品溶液。

2.1.3 阴性对照液 按盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液的处方, 制备不含盐酸麻黄碱的阴性对照样品, 按“2.1.1”项下方法制备阴性对照液。

2.2 零阶紫外扫描光谱 分别将样品溶液 (a 液), 盐酸麻黄碱对照品溶液 (b 液), 阴性对照液 (c 液), 在 190~ 400 nm 范围内扫描。扫描条件: 光度模式为 Abs, 扫描模式为单一, 扫描速度为快速, 光谱带宽为 2 nm, 采样间隔为 0.1 nm。(见图 1)

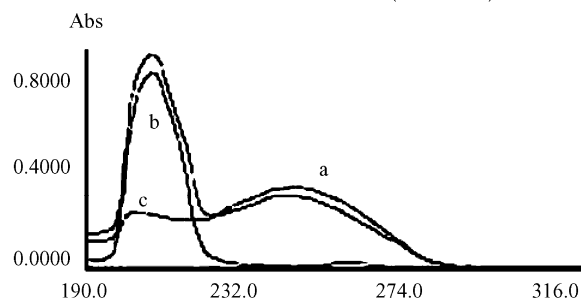


图 1 a: 样品溶液; b: 盐酸麻黄碱对照品溶液; c: 阴性对照液
图 1 盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液的零阶紫外光谱图

由图 1 可见, c 液对 a 液的干扰很大, 无法直接通过紫外分光光度法测定盐酸麻黄碱的含量。

2.3 一阶导数光谱及测定波长的选择 取上述 a、b、c 溶液, 在 190 nm~ 400 nm 波长范围内进行扫描, 完毕后直接进行数学转换, 分别得到 3 种溶液的一

[收稿日期] 2009-01-07

[通讯作者] * 陈华文, Tel: (0779) 2022201

阶导数光谱。扫描条件同“2.1.2”，微分波长差为 8；缩放系数为 1。3 种溶液的一阶导数紫外光谱图如下(图 2~ 4)。

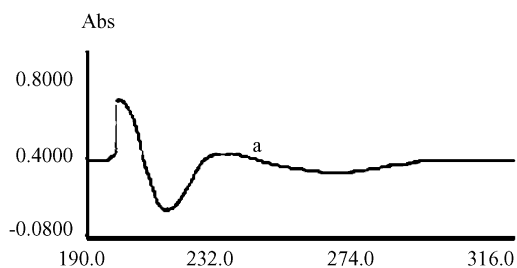


图 2 a: 样品溶液

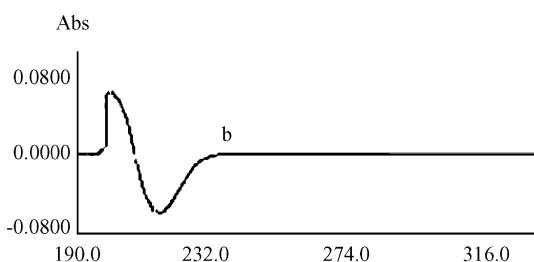


图 3 b: 盐酸麻黄碱对照品溶液

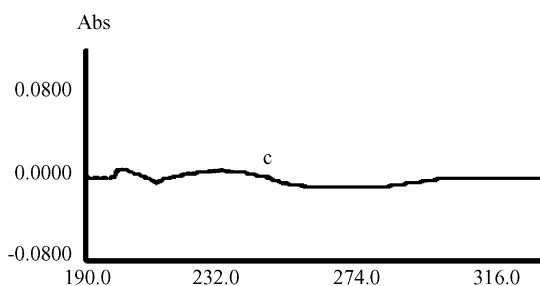


图 4 c: 阴性对照液

由图 2~ 4 可见: 样品溶液(a 液)在 215.7 nm 波长处的谷-零振幅图谱与盐酸麻黄碱对照品溶液(b 液)相一致, 而阴性对照液在此波长处的谷-零振幅值为零, 因此, 可选择 215.7 nm 为测定盐酸麻黄碱的波长。

2.4 线性关系考察 盐酸麻黄碱: 分别精密吸取盐酸麻黄碱标准储备液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中, 加入乙醇定容, 制成浓度(C)为 5.15~ 25.75 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的系列工作液, 以乙醇为空白, 分别在 190~ 400 nm 波长范围内进行扫描, 扫描条件: 光度模式为 Abs, 扫描模式为单一, 扫描速度为快速, 光谱带宽为 2 nm, 采样间隔为 0.1 nm, 完毕后直接进行数学变换, 得到盐酸麻黄碱对照品溶液的一阶导数光谱, 微分波长差为 8; 缩放系数为 1。在 215.7 nm 波长处测定其一阶导数光谱的振幅值 D, 以浓度 C 对 D 进行线性回归, 得回归方程: $D = 2.691 \times 10^{-3}C + 2.820 \times 10^{-3}$ ($r = 0.9997$)。表明盐酸麻黄

碱在 5.15~ 25.75 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 浓度范围内, 其一阶导数振幅值 D 与浓度 C 呈良好线性关系, 符合 Beer 定律。

2.5 加样回收率试验 精密吸取供试品(批号: 060721) 1/500 稀释液 5 mL, 5 份, 分别精密加入浓度为 25.75 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的盐酸麻黄碱标准液 5 mL, 混匀, 样品中盐酸麻黄碱总量为 100.5 μg , 加入对照品量为 128.75 μg 。在 215.7 nm 波长处测出振幅 D 值代入回归方程中计算含量。结果见表 1。

表 1 回收率试验结果($n = 5$)

测得盐酸麻黄碱量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
228.93	99.86		
228.48	99.66		
228.18	99.53	99.48	1.49
227.85	99.38		
226.85	98.95		

2.6 精密度试验 取盐酸麻黄碱对照品液适量, 在波长 215.7 nm 处重复测定盐酸麻黄碱一阶导数光谱的谷-零振幅值 D, RSD 为 1.05%, $n = 5$ 。

2.7 稳定性试验 取一样品溶液按“2.1.2 项下”配制后室温放置 0, 4, 8, 12, 24 h 后, 分别于波长 215.7 nm 处测定谷-零振幅值 D, RSD 为 1.46%, 说明 24 h 内稳定性良好。

2.8 重复性试验 取同一批号(060815)样品 5 份, 按“2.7 项下”测定谷-零振幅 D 值, 计算含量, 样品中盐酸麻黄碱含量的平均值为 10.29 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$, RSD 为 1.16%, $n = 5$ 。

2.9 样品含量测定 取 5 批样品按“2.1.1”制备样品溶液, 分别按“2.2”, “2.3”项下方法于波长 215.7、268.9 nm 处测定其一阶导数光谱的谷-零振幅值 D, 以 D 值代入回归方程计算盐酸麻黄碱含量, 结果分别为 9.99, 10.05, 10.25, 10.34, 10.16($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)。

3 讨论

导数光谱(Derivative spectra)是紫外光谱的延伸, 由紫外光谱经一定的数学处理后得到, 其定量测定的基本原理系根据朗伯-比尔定律, 对其取 n 阶导数, 其结果均与浓度成正比, 由光谱法获得的导数光谱表现为其波峰或波谷与波长垂直距离及浓度成正比。目前, 新型的紫外分光光度计均可通过电子学获得模拟导数光谱图, 使其应用更加简化、普遍化^[3]。

盐酸麻黄碱强的松龙滴鼻液为混悬液, 吸取样品前要摇匀, 强的松龙在乙醇中微溶, 根据这一性质

利用乙醇作溶剂并采用超声振荡溶解的方法,可以解决强的松龙在水中不溶的问题,以便进行测定。利用一阶导数紫外光谱法可以有效地消除背景吸收的干扰,直接测定制剂中盐酸麻黄碱的含量,平均回收率为 99.94%,RSD 为 1.48%,24 h 稳定性试验证明测定结果不受时间影响,说明该分析方法准确、灵敏、重复性好,为含有盐酸麻黄碱的复方制剂中盐酸麻黄碱的分析测定提供了一个可借鉴的方法。

[参考文献]

- [1] 陈新谦,金有豫. 新编药理学[M]. 北京:人民卫生出版社,2003:404.
- [2] 李发美. 分析化学[M]. 北京:人民卫生出版社,2003:213-216.
- [3] 王文冈,恽榴红,王 睿,等. 二阶导数紫外分光光度法测定酒石酸美托洛尔体外经皮渗透量[J]. 中国药房,2002,16(18):1379-1381.