

液 20 μ l 分别进样作色谱分析, 克拉霉素的色谱图如图 1。以克拉霉素浓度 (μ g/ml) 为横坐标, 对照品峰面积为纵坐标, 其直线回归方程为:

$$Y = 0.29014X - 0.0516, r = 0.9996$$

克拉霉素浓度在 25~150 μ g/ml 范围内有良好的线性关系。

3.2 精密度实验

取 100 μ g/ml 的克拉霉素对照品溶液, 重复进样 10 次, 其峰面积的 RSD 为 0.8%, 第 2 天重复进样 5 次, 其 RSD 为 1.3%, 精密度良好。

3.3 加样回收实验

分别用对照品溶液, 样品溶液及样品加对照品溶液, 按线性关系实验项下的方法测定, 算出 5 份加样回收率平均为 99.7%, RSD 为 0.8%, 回收结果满意。

3.4 样品分析

取样品 10 粒, 倾出内容物, 混匀, 精密称取适量(约相当于克拉霉素 20mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μ 的滤膜滤过, 弃去初滤液, 取续滤液 5ml。置 10ml 量瓶中制成每毫升含克拉霉素 100 μ g 的供试品溶液, 取 20 μ l 进样分析, 另取对照品溶液同法测定, 按外标法计算供试品

中克拉霉素的量, 同时与抗生素生物检定法进行对比, 5 批样品的测定结果见表 1。

表 1 HPLC 法及抗生素微生物法含量测定结果(%)

NO	HPLC 法	抗生素微生物检定法
1	95.2	94.3
2	94.7	93.5
3	95.9	94.2
4	93.8	92.9
5	95.4	94.4

4 讨论

4.1 HPLC 法专属性较抗生素微生物测定法高, 其测定结果的重现性、准确性均可满足含量测定的需要。

4.2 本法含量测定结果与微生物法含量测定结果基本一致, 但本法具有简便、快速, 适宜多份样品同时测定的优点。

4.3 经摸索, 流动相中乙腈-磷酸二氢钾的比例以 55:45 较为适宜, 溶剂峰及杂质峰的干扰较小。

4.4 配制好的样品溶液在冰箱 4 $^{\circ}$ C 放置 24h 再进行测定, 结果未见显著变化, 溶液的稳定性良好。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部标准(试行) WS-247(X-213)-97. 收稿日期: 2000-02-28

哮喘合剂中盐酸麻黄碱的含量测定

陈勇川, 高振同(第三军医大学西南医院, 重庆 400038)

摘要: 目的: 建立哮喘合剂中盐酸麻黄碱的含量测定方法。方法: 用蒸馏法将麻黄碱从哮喘合剂中分离出来, 采用溴麝香草酚蓝比色法测定。结果: 回收率为 100.1%, RSD 为 1.18%。结论: 本法简便、准确, 适于该制剂的含量测定。

关键词: 麻黄碱; 比色法; 含量测定

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 1006-0111(2000)06-0382-02

哮喘合剂是我院根据临床需要配制的复方制剂, 由盐酸麻黄碱、氨茶碱、甘草流浸膏等组成, 用于小儿镇咳、平喘。由于成份复杂, 难以用一般方法直接测定盐酸麻黄碱的含量。本文参考有关文献^[1,2], 采用在碱性条件下用蒸馏

法将麻黄碱从哮喘合剂中分离出来, 再用溴麝香草酚蓝比色法测定, 现将结果报道如下。

1 仪器与试剂

DU-70 型分光光度计(美国贝克曼公司); 盐酸麻黄碱对照品(重庆市药检所)、磷酸盐缓

冲液(pH7.4)、溴麝香草酚蓝试液(0.15%)、硼酸乙醇试液(0.2%)、氯仿(分析纯)。

2 实验内容与方法

2.1 测定条件的选择

2.1.1 吸收光谱测定 取未加盐酸麻黄碱的哮喘合剂 10.0ml,加 4g 氯化钠,10ml 40% 的氢氧化钠,20ml 水,加热蒸馏,收集馏出液 25ml,加水定容至 100ml,为背景液。另精密称取盐酸麻黄碱标准品 10.7mg,加水定容至 100ml,为标准液。精密吸取盐酸麻黄碱标准液和背景液各 3.0ml,置 60ml 分液漏斗中,分别加磷酸盐缓冲液 10ml,溴麝香草酚蓝液 2ml,混匀。加入氯仿 10ml,轻摇 0.5min,静置,分取氯仿层,置 50ml 容量瓶中,再取氯仿 20ml,分再次萃取,每次剧烈振摇。经滤纸过滤,分取氯仿层,合并三次氯仿液,加硼酸乙醇溶液至刻度。另取蒸馏水 3.0ml,同法操作,作空白液。用紫外分光光度计在 200 至 500nm 间扫描吸收光谱,盐酸麻黄碱在 421.5nm 处有最大吸收,而背景液在此无吸收(图 1)。

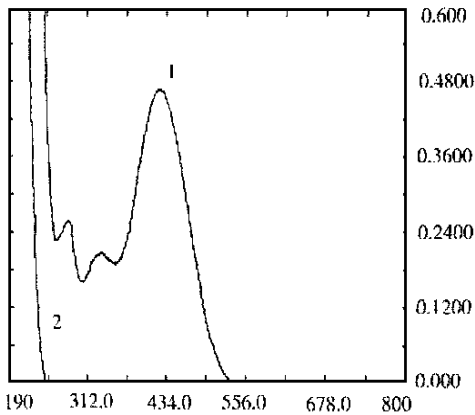


图 1 麻黄碱吸收光谱图
1. 麻黄碱; 2. 背景液

2.1.2 标准曲线的绘制 精密吸取 0.107mg/ml 的盐酸麻黄碱标准液 2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0ml,按吸收光谱测定项下自“加磷酸盐缓冲液 10ml”起,依法操作,于 421.5nm 处测定吸收度,以吸收度对浓度进行回归分析,其直线方程为: $A = 0.0075 + 0.0747C$, $r = 0.9999$ 。

2.2 稳定性试验 以上溶液在 3h 内多次测其吸收度,数值基本恒定, RSD 为 1.03% ($n = 5$)。

2.3 回收率试验

按处方比例,精取盐酸麻黄碱和背景液配成模拟哮喘合剂,依法蒸馏、萃取,测定吸收度,代入回归方程计算回收率,结果见表 1。

表 1 盐酸麻黄碱的回收率

样品	加入量(mg/ml)	测得量(mg/ml)	回收率(%)
1	1.47	1.46	99.3
2	1.43	1.42	99.3
3	1.48	1.51	102.0
4	1.62	1.63	100.6
5	1.55	1.54	99.4
\bar{x}			100.1
$RSD(\%)$			1.18

2.4 样品测定

精密量取不同批号的三批哮喘合剂 10ml,按吸收光谱测定项下自“加 4.0gNaCl”起,依法进行含量测定,结果见表 2。

表 2 样品测定结果($n = 3$)

样品批号	测定浓度(mg/ml)	为标示量%
990519	1.53	102.0
990608	1.54	102.6
990629	1.52	101.3

3 讨论

3.1 蒸馏前加碱碱化时,对氢氧化钠的浓度进行了考察,结果发现,随着氢氧化钠浓度的增加,麻黄碱的蒸馏回收率相应增加,当氢氧化钠的浓度为 20% 时,回收率只有 70%,而氢氧化钠的浓度达到 40%,回收率稳定在 95% 以上。这可能与麻黄碱水溶液本身具有强碱性有关。

3.2 将麻黄第一次萃取时宜轻微振摇,若剧烈振摇,则乳化严重,对吸收度有较大影响。

3.3 本法操作简便,结果准确,适用于院内制剂的质量控制。

参考文献:

[1] 孟柏真. 溴麝香草酚蓝比色法测定止咳糖浆中的盐酸麻黄碱[J]. 药物分析杂志, 1985, 1(1): 47.
[2] 佟莱阁. 小青龙口服液中药盐酸麻黄碱的含量测定[J]. 中成药, 1992, 14(1): 15.