

紫外分光光度法测定复方薄荷脑滴鼻液中樟脑的含量

顾伟鹰, 张和平, 黄伟芬(上海市第七人民医院, 上海 200137)

摘要 目的: 建立复方薄荷脑滴鼻液中樟脑的含量测定方法。方法: 采用紫外分光光度法, 于 (292 ± 1) nm 波长处直接测定樟脑的含量。结果: 在 1.62~ 3.24 mg/mL 的浓度范围内, 线性关系良好, 相关系数 $r = 0.999 2$, 平均回收率 100.06%, RSD 为 1.29%。结论: 方法简便、快速、准确。

关键词 紫外分光光度法; 复方薄荷脑滴鼻液; 樟脑; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2004)03-0164-02

Determination of camphor in compound menthol nasal drops by ultraviolet spectrophotometry

GU Wei-ying, ZHANG He-ping, HUANG Wei-fen(Shanghai Seventh People's Hospital, 200137, China)

ABSTRACT Objective: To establish a quantitative analysis method for camphor in compound menthol nasal drops. **Methods:** The camphor was determined directly at (292 ± 1) nm by ultraviolet spectrophotometry. **Results:** The calibration curve was linear in the range from 1.62~ 3.24 mg/mL with $r = 0.999 2$, the average recovery and relative standard deviation were 100.06% and 1.29% respectively. **Conclusion:** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS ultraviolet spectrophotometry; compound menthol nasal drops; camphor; determination of content

复方薄荷脑滴鼻液为医院临床常用的耳鼻喉科制剂,《上海市医院制剂手册》^[1]第3版和《中国医院制剂规范》^[2]第2版均有收载,但对其质控方法仅作鉴别,无含量测定方法。笔者采用紫外分光光度法直接测定樟脑的含量,方法简便,结果准确。

1 仪器与试药

日本岛津 2450 型紫外分光光度计;樟脑(厦门东风制药厂,批号 020501);液状石蜡(上海大场化工厂,批号 021104);复方薄荷脑滴鼻液(本院自制,批号 030519,030625,030712)。

2 方法与结果

2.1 紫外吸收光谱的绘制 精密称取于干燥器中放置 24h 的樟脑 0.5g,加液状石蜡溶解,并定量稀释成浓度为 2.8 mg/mL 的溶液。另按处方比例配制薄荷脑溶液,以液状石蜡为空白,于 200~ 400nm 波长范围内对上述两种溶液分别进行扫描,樟脑在 292 nm 处有最大吸收,而薄荷脑在此波长处无吸收,见图 1,故选择 292 nm 为测定波长。

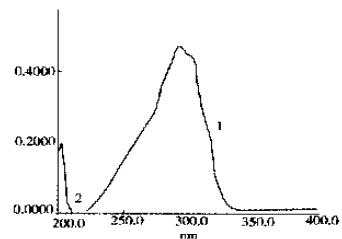


图 1 紫外吸收光谱图

1- 樟脑溶液; 2- 薄荷脑溶液

2.2 标准曲线的制备 精密称取樟脑适量,加液状石蜡溶解,并稀释成含樟脑 10.0 mg/mL 的溶液。再精密吸取 8.0、7.0、6.0、5.0、4.0 ml 分别置 25 mL 量瓶中,加液状石蜡稀释至刻度,摇匀。以液状石蜡为空白,于 292nm 波长处测定吸收值 A , 绘制吸收度 A 对浓度 C 的标准曲线,求得回归方程为: $A = 0.151 0 C + 0.041 60 r = 0.999 2$ 。结果表明,樟脑在 1.62~ 3.24 mg/mL 浓度范围内,浓度与吸收度线性关系良好。

2.3 樟脑回收率试验 按处方量配比,准确配制一定量的复方薄荷脑滴鼻液。按上述方法测定吸收值,代入回归方程计算回收率,结果平均回收率为 100.06%, RSD 为 1.29%,见表 1。

表1 樟脑回收率试验结果

序号	投入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	3.216 6	3.235 1	100.6		
2	2.814 6	2.782 8	98.9		
3	2.412 5	2.458 9	101.9	100.06	1.29
4	2.010 4	2.013 2	100.1		
5	1.608 3	1.589 4	98.8		

表2 样品测定结果

批号	樟脑含量%(g/mL)	标示量(%)
030519	0.985	98.5
030625	1.013	101.3
030712	1.008	100.8

2.4 重现性和稳定性试验 取标准曲线项下的樟脑溶液(2.84 mg/mL),在292 nm波长处连续测定吸收度,RSD为0.3%(n=5)。测定溶液分别于室温下0、6、12、18、24h测定,吸收度基本无变化,RSD为0.3%。

2.5 样品测定 精密吸取样品液7.0 mL,置25 mL量瓶中,加液状石蜡至刻度,摇匀。按标准曲线制备项下的方法测定,即可计算出浓度,结果见表2。

3 讨论

用乙醇从液状石蜡中提取樟脑,不能提取完全,而用液状石蜡直接稀释后测定样品,方法简便、快速、准确。樟脑的含量是否可用HPLC等方法测定,有待以后进一步探讨。

致谢:本文得到陆珠英主任药师的悉心指导。

参考文献:

- [1] 中国药学会上海分会.上海市医院制剂手册[M].第3版.上海:上海科学技术出版社,1995:338.
- [2] 中华人民共和国卫生部药政局.中国医院制剂手册[M].第2版.北京:中国医药科技出版社,1995:166.

收稿日期:2003-09-15

离子对反相高效液相色谱法测定氢溴酸东莨菪碱注射液的含量

赵平鸽(义乌市人民医院,浙江 义乌 322000)

摘要 目的:建立离子对反相高效液相色谱法测定氢溴酸东莨菪碱注射液的含量。方法:流动相为甲醇20mmol/L庚烷磺酸钠溶液-冰醋酸(50:50:2),流速0.9mL/min,ZORBAX SB-C₁₈色谱柱(4.6×250mm,5μm),检测波长225nm。结果:线性范围为0.1~0.5mg/mL(r=0.9998),平均回收率为101.15%,RSD为1.58%。结论:本法简便、快速,结果准确,适用于氢溴酸东莨菪碱注射液的质量控制。

关键词 氢溴酸东莨菪碱注射液;离子对反相高效液相色谱法

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2004)03-0165-02

Determination of scopolamine hydrobromide injection by ion-pair RP-HPLC

ZHAO Ping-ge(Yiwu People's Hospital, Zhejiang Yiwu 322000, China)

ABSTRACT Objective: To establish a method to determinate scopolamine hydrobromide injection by ion-pair RP-HPLC. **Methods:** The mobile phase of methanol-20mmol/L sodium heptanesulfonate solution-acetic acid (50:50:2) and ZORBAX SB-C₁₈ column (4.6×250mm, 5μm) was used, the flow rate was 0.9mL/min and the detect wavelength was 225nm. **Results:** The linear range of scopolamine hydrobromide was 0.1~0.5mg/mL (r=0.9999). The average recovery was 100.15%, RSD was 1.58%. **Conclusion:** The method was simple, rapid and accurate. It can be used to control the quality of scopolamine hydrobromide injection.

KEY WORDS scopolamine hydrobromide injection; ion-pair RP-HPLC

氢溴酸东莨菪碱属莨菪碱类生物碱,是一种常用的抗胆碱药,其注射液的含量测定采用经典的酸性染料比色法^[1],该法操作比较繁琐,影响因素

多^[2],溶剂毒性大。本文建立了离子对反相高效液相色谱法测定氢溴酸东莨菪碱注射液含量的方法,可大大简化分析步骤,结果比较满意。