

图2 供试品色谱图

6 讨论

用紫外分光光度法,在 200~400nm 波长范围内扫描,罗红霉素在 212nm 有最大吸收。罗红霉素在 210nm 检测时,经试验试剂有干扰。我们参照李青翠等^[3]采用 235nm 作为检测波长,通过提高进样

量(20μl)来弥补因检测波长的提高而使吸收度下降的不足。在配制罗红霉素供试品溶液时,经反复实验,只有当水与甲醇的比例为 13:7 时,所配溶液的透明度最好。由于膜剂的均匀度不是十分理想,因此选择供试品时应随机抽样,并对其碎屑充分混匀后称量。

参考文献:

- [1] 黄海华. 两种新型的红霉素衍生物 clarithromycin 和 roxithromycin[J]. 沈阳药学院学报, 1994, 11(3): 228.
- [2] 剑荣森, 周光军. 罗红霉素栓剂的研制及疗效观察[J]. 中国药师, 2000, 3(2) 112.
- [3] 李青翠, 刘玉珍, 李芙蓉. 罗红霉素及其制剂含量测定方法的研究[J]. 药物分析杂志, 1999, 19(5) 317.

收稿日期: 2002-04-22

双波长分光光度法测定苯海拉明麻黄碱滴鼻液的含量

黄雄伟(杨浦区中心医院, 上海 200090)

摘要 目的: 建立苯海拉明麻黄碱滴鼻液中盐酸苯海拉明和盐酸麻黄碱的含量测定方法。方法: 采用双波长分光光度法消除组份间干扰进行含量测定。结果: 方法的线性关系良好, 盐酸苯海拉明平均回收率为 100.29%, $RSD = 0.82 (n = 9)$, 盐酸麻黄碱平均回收率为 99.92%, $RSD = 0.90 (n = 9)$ 。结论: 本法简便、快速、准确。

关键词 紫外分光光度法; 盐酸苯海拉明; 盐酸麻黄碱

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2002)05-0295-03

Determination of diphenhydramine and ephedrine nasal drops by dual-wavelength spectrometry.

HUANG Xiong-wei(Shanghai Yangpu Central Hospital, Shanghai 200090, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To develop a method for determining the contents of diphenhydramine hydrochloride and ephedrine hydrochloride in nasal drops. **METHODS:** The dual-wavelength spectrophotometric method was used for eliminating mutual interference. **RESULTS:** The method was linear and reproducible. The average recovery was 100.29%, $RSD = 0.82 (n = 9)$ for diphenhydramine hydrochloride and 99.92%, $RSD = 0.90 (n = 9)$ for ephedrine hydrochloride respectively. **CONCLUSION:** The method was simple, rapid and accurate.

KEY WORD Dual-wavelength spectrometry; diphenhydramine hydrochloride; ephedrine hydrochloride

苯海拉明麻黄碱滴鼻液^[1]含盐酸苯海拉明 0.25%, 盐酸麻黄碱 1%, 具有抗过敏及毛细血管收缩作用, 临床常用于治疗过敏性鼻炎。滴鼻液的含量测定已见报道^[2], 麻黄碱、苯海拉明都是与盐酸成盐, 因而用酸碱滴定法可测两者的总量^[3]; 同时分别测定两者含量的方法有两阶导数光谱法^[4]和毛细管电泳法^[5]。本研究联合应用双波长和单波

长分光光度法, 可不经分离, 同时测定溶液中两组份的含量, 结果满意, 现报道如下。

1 仪器与试剂

756MC 可见紫外分光光度计(上海精密科学仪器有限公司分析仪器厂), FA2004 电子分析天平(上海精密科学仪器有限公司分析仪器厂)。盐酸苯海拉明、盐酸麻黄碱、氯化钠均符合中国药典 2000 年版规

定, 盐酸(AR), 苯海拉明麻黄碱滴鼻液(自制)。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择

精密称取盐酸苯海拉明、盐酸麻黄碱适量, 用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸液稀释成浓度为 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 及 $0.4 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液, 另以 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸液为稀释剂配制混合溶液, 使盐酸苯海拉明浓度为 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 和盐酸麻黄碱浓度为 $0.4 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, 并以 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 盐酸液为空白, 在 $240 \sim 280 \text{ nm}$ 波长范围内自动扫描, 得紫外吸收光谱(见图 1)。

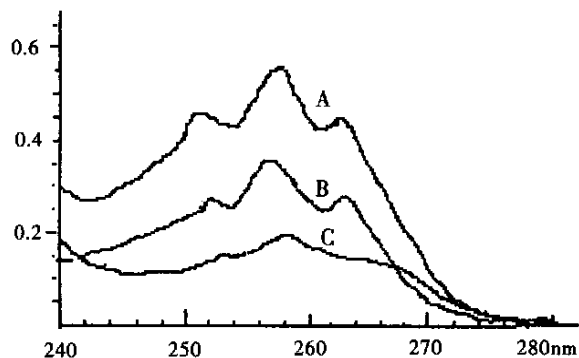


图 1 紫外吸收光谱图

A 混合液; B 盐酸麻黄碱; C 盐酸苯海拉明

由图可知, 盐酸苯海拉明在 258 nm 波长处有吸收峰, 盐酸麻黄碱在 251 、 257 、 263 nm 波长处有吸收峰, 混合液在 257 nm 波长处有最大吸收。麻黄碱在 263 nm 及 241 nm 两波长处存在吸收差值, 而苯海拉明在该两波长处吸收差值为零, 因而选择 263 nm 波长为测定波长, 241 nm 波长为参比波长测出麻黄碱的含量。另外, 苯海拉明、麻黄碱及两者混合液在 257 nm 波长附近都存在吸收峰, 因而选择 257 nm 为单波长测定波长, 测定总吸收度, 再根据吸收值加和性, 苯海拉明吸收值等于总吸收度减去麻黄碱吸收度。

2.2 工作曲线的绘制

精密称取 105°C 干燥至恒重的盐酸麻黄碱适量, 用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸液分别配成浓度为 0.205 、 0.3 、 0.305 、 0.4 、 0.405 、 0.5 、 0.505 、 $0.60 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液, 在 263 nm 及 241 nm 波长处分别测定吸收度, 令 $\Delta A = A_{263} - A_{241}$, 以浓度为横坐标, ΔA 为纵坐标作图, 从图中可以得知, 吸收差值 ΔA 与浓度成线性关系, 对浓度和吸收度数值进行回归求得回归方程和相关系数, $C_{\text{麻}} = 2.7778 \Delta A - 0.0106$ (1), $r = 0.9999$ 。

另以上述各浓度溶液在 257 nm 波长处测得吸收度, 经回归分析, 得回归方程

$$A_{\text{麻}} = 0.87C_{\text{麻}} + 0.0024 \quad (2), r = 0.9999$$

精密称取 105°C 干燥至恒重的盐酸苯海拉明适量, 用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸液分别配成浓度为 0.050 、 0.065 、 0.80 、 0.95 、 0.110 、 0.125 、 0.140 、 $0.155 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液, 在 257 nm 波长处测得吸收度 $A_{\text{苯}}$, 经回归分析, 得回归方程 $C_{\text{苯}} = 0.6127A_{\text{苯}} + 0.0021$ (3), $r = 0.9999$

2.3 稳定性实验

以 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸液为稀释剂配制浓度分别为 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 及 $0.4 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 盐酸苯海拉明和盐酸麻黄碱溶液, 依次在放置 1 、 2 、 3 、 4 h 时测定吸收度, 结果显示两溶液在该时间内吸收值无显著变化。

2.4 回归率试验

按滴鼻液处方比例, 配成 9 份模拟溶液, 分别精取 2 mL 置 50 mL 容量瓶中, 用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸液加至刻度, 以 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸液为空白, 在 263 nm 及 241 nm 波长处分别测定吸收度, 计算差值 ΔA , 在 257 nm 波长处测得 $A_{\text{总}}$ 。把 ΔA 值依次分别代入 (1)、(2)、(3) 式, 求得 $C_{\text{麻}}$, 及 $C_{\text{苯}}$ 值, 计算出盐酸海拉明及盐酸麻黄碱的平均回收率。结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

投入量(mg)	盐酸麻黄碱		投入量(mg)	盐酸苯海拉明	
	测得值(mg)	回收率(%)		测得值(mg)	回收率(%)
0.3167	0.3172	100.16	0.0789	0.0793	99.37
0.3176	0.3144	98.99	0.0776	0.0781	100.64
0.3272	0.3283	100.34	0.0802	0.0811	101.12
0.4011	0.3950	98.48	0.1014	0.1020	100.59
0.4038	0.4061	100.57	0.0994	0.0989	99.50
0.4016	0.3977	99.03	0.0998	0.1014	101.60
0.4702	0.4755	101.13	0.1197	0.1191	99.50
0.4775	0.4811	100.75	0.1184	0.1179	99.58
0.4846	0.4838	99.83	0.1171	0.1179	100.60
\bar{x} (%)	99.92		100.29		
RSD	0.90		0.82		

2.5 样品的测定

精密量取样品液 2ml, 按回收率试验项下方法测定, 得 ΔA 、 $A_{总}$, 计算两者的含量, 结果见表 2。

表 2 样品测定结果(标示量%, n= 3)

样品编号	盐酸麻黄碱	盐酸海拉明
1	99.4	98.9
2	98.0	102.0
3	100.1	101.4

3 讨论

麻黄碱、苯海拉明都为有机碱化合物, 能与盐酸形成稳定的盐, 该类盐在酸性溶液中易溶且稳定, 因而选择 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸作为其测定溶剂, 该溶剂在低浓度范围紫外吸收小且恒定。

氯化钠经同步稀释, 无紫外吸收, 不干扰含量测定。

本法不经分离同时测定滴鼻液中盐酸麻黄碱、盐酸苯海拉明的含量, 方法简便、快速、准确, 适合于医院制剂分析。

参考文献:

- [1] 雍德卿主编. 实用医院制剂注解[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997, 307.
- [2] 张慧仙. 双波长分光光度新算法测定复方麻黄碱滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量[J]. 中国医院药学杂志, 1993, 13(5): 218.
- [3] 章国钧, 邱在峰, 边友珍. 上海医院制剂手册[M]. 第 3 版. 上海: 上海科学技术出版社, 1995, 333.
- [4] 吴飞华, 潘九英. 二阶导数光谱法测定苯海拉明、麻黄碱滴鼻液的含量[J]. 中国医院药学杂志, 1996, 16(5): 218.
- [5] 范国荣, 胡晋红, 林海, 等. 盐酸苯海拉明和盐酸麻黄碱的毛细管电泳分离分析[J]. 中国医院药学杂志, 2000, 20(9): 522.
- [6] 安登魁主编. 药物分析[M]. 第 1 版. 济南: 济南出版社, 1992, 44.

收稿日期: 2002- 04- 03

比色法测定逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分的含量

陈 军, 方 芸, 刁雨辉(南京大学医学院附属鼓楼医院临床药药学药检室, 南京 210008)

摘要 目的: 建立测定逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分含量的方法。方法: 利用蒽醌类成分在碱性条件下显红色的特性, 将经典的混合碱比色法加以改进后用于测定其含量。结果: 改进后的比色法操作简便快捷, 结果准确(平均加样回收率为 99.86%), 重复性好($RSD = 1.58\%$, $n = 5$)。可有效控制逐瘀扶正胶囊的质量。结论: 所建立的混合碱比色法可作为逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分的定量方法, 对于其它含有蒽醌类成分中药制剂的定量分析亦具有一定的方法学意义。

关键词 蒽醌; 比色法; 逐瘀扶正胶囊

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 1006- 0111(2002)05- 0297- 04

Determination of anthraquinones in Zhuyufuzheng capsules by colorimetry

CHEN Jun, FANG Yun, Diao Yu-hui(Department of Pharmacy, Affiliated Drum Tower Hospital of Nanjing University, Nanjing 210008, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a method to determinate the quantity of anthraquinones in Zhuyufuzheng capsule. **METHODS:** Anthraquinones in Zhuyufuzheng capsules was determined by improved colorimetry. **RESULTS:** This method was simple, quick and reproducible($RSD = 1.58\%$, $n = 5$). The average recovery was 99.86%. By this method, the quality of Zhuyufuzheng capsules can be controlled effectively. **CONCLUSION:** The improved colorimetry can be used to determinate the quantity of anthraquinones in Zhuyufuzheng capsules. This method can be used for the quantitative analysis of other Chinese traditional medicines which contained anthraquinones as well.

KEY WORDS Anthraquinones; Colorimetry; Zhuyufuzheng capsules

逐瘀扶正胶囊是我院自行研制的中药制剂, 方 中含有大黄、蜈蚣等药材, 通过烘干、粉碎、混合、过