

· 药物分析 ·

褶合光谱法测定呋麻滴鼻液中两组分的含量

宋洪杰 吴玉田 金文祥 吴晓放*

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 本文采用褶合光谱法不经分离同时分别测定了呋麻滴鼻液中呋喃西林和盐酸麻黄碱的含量,平均回收率和 RSD 分别为 99.87%, 0.65%, 100.04%, 0.52%。

关键词 褶合光谱法; 呋喃西林; 盐酸麻黄碱; 呋麻滴鼻液

Simultaneous determination of two components in compound furacilin nasal drops by the convolution curve method

Song Hongjie Wu Yutian Jin Wenxiang Wu Xiaofang

(Department of Pharmaceutical Analysis, Second Military Medical University, Shanghai 200433)

ABSTRACT The paper reported the determination of furacilin (I) and ephedrine hydrochloride (II) in compound furacilin nasal drops by the convolution curve methods without prior separation. The average recovery and the relative standard deviation were 99.87%, 0.65% for (I) and 100.04%, 0.52% for (II).

KEY WORDS convolution curve method, furacilin, ephedrine hydrochloride, compound furacilin nasal drops

呋麻滴鼻液是由呋喃西林、盐酸麻黄碱和氯化钠三组分组成的复方制剂,临床上用于治疗急慢性鼻炎、鼻窦炎、肥大性鼻炎等。文献报道此制剂的含量测定方法有紫外分光光度法,吸收度线性组合分光光度法,多波长吸收度比值差法等^[1-3]。本文采用褶合光谱分析法不经分离同时对呋喃西林和盐酸麻黄碱定量,方法快速、准确、灵敏。

一、原理

任何化合物的吸收曲线通过褶合变换都可以得到数目极多的褶合曲线,它们构成一种独立光谱体系—褶合光谱,特定组分的褶合光谱有固定的过零点,这种特性为双组分定量提供了有利的基础。褶合光谱仪在定量分析双组分混合体系中某一组分(比如 A)

时,可以自动查找另一组分(比如 B)褶合光谱的交零点,并测定 A 在该点的贡献,计算出相应的浓度 C_A ;反之则找出组分 A 褶合光谱的交零点,测定 B 在该点的贡献,计算出 B 的浓度 C_B 。这些可能的测试点往往有很多,褶合光谱仪可以从中选择最佳的测试结果。

二、实验部分

(一)仪器和药品 UV/Vis-WC1 型褶合光谱仪(第二军医大学研制);呋喃西林、盐酸麻黄碱和氯化钠,均符合中国药典 1990 年版规定。

(二)吸收光谱曲线的绘制及稳定性试验
以蒸馏水为溶剂,配制适当浓度的对照液:呋喃西林(6.27 $\mu\text{g}/\text{ml}$),盐酸麻黄碱(300.48 $\mu\text{g}/\text{ml}$)及其两者的混合溶液。以溶剂为空白,测定 220~400nm 波长内上述各

* 空军济南医院(济南 250031)

溶液的紫外吸收光谱。两对照液浓度大小控制的要求是：在各自的线性范围内；大部分吸收度值落在 0.2~0.8A 之间；最大吸收不超过 1.2A。处方中氯化钠在紫外区无吸收。经实验考察，呋喃西林、盐酸麻黄碱和混合溶液在 16 小时内吸收度基本无变化。吸收光谱见图 1。

(三)回收率试验

1. 贮备液的配制 精密称取适量呋喃西林约 20mg, 盐酸麻黄碱约 1g, 氯化钠约 550mg, 各放入到 100ml 的容量瓶中, 用蒸馏水溶解, 定容, 备用。

2. 模拟样品液的配制 按处方比例精密量取各贮备液适量, 放入 50ml 容量瓶中, 使各组分浓度在相应标示量的 ±10% 范围内, 混合, 用溶剂稀释至刻度, 配成五份不同的模拟样品液。

3. 操作 上述模拟样品液分别以蒸馏水为空白, 通过褶合光谱仪联机扫描功能采集 230~398nm, 间隔 4nm 的吸收度信息, 用褶合光谱仪的双组分定量分析功能系统处理, 计算呋喃西林和盐酸麻黄碱的回收率, 结果见表 1。

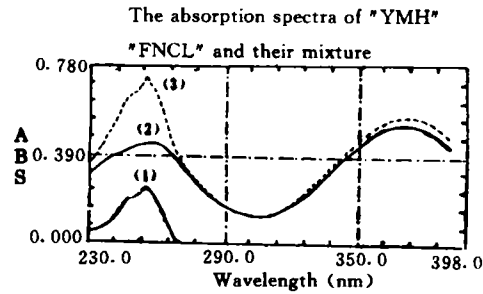


图 1 盐酸麻黄碱(1)、呋喃西林(2)及混合物(3)的吸收光谱

表 1 呋麻滴鼻液的回收率

编号	盐酸麻黄碱			呋喃西林		
	加入量 (µg/ml)	测得量 (µg/ml)	回收率 (%)	加入量 (µg/ml)	测得量 (µg/ml)	回收率 (%)
1	272.6800	271.2314	99.47	5.7936	5.7496	99.24
2	284.7100	284.3466	99.87	6.0492	6.0631	100.23
3	296.7400	298.0011	100.42	6.3048	6.2630	99.34
4	308.7700	311.0330	100.73	6.5604	6.5440	99.75
5	320.8000	319.8288	99.70	6.8160	6.8709	100.81
平均回收率(%)			100.04			99.87
RSD(%)			0.52			0.65

(四)样品测定 根据制剂工艺^[4], 按处方投料, 配制三批呋麻滴鼻液, 其含量测定结果见表 2。

表 2 呋麻滴鼻液含量测定结果 (标示量%)^{*}

批次	投料量		测得量	
	呋喃西林	盐酸麻黄碱	呋喃西林	盐酸麻黄碱
1	106.50	99.98	106.59	98.97
2	104.50	100.03	104.56	98.65
3	100.50	100.14	100.45	100.43

* 测得结果是三次测定的均值

三、讨论

(一)最佳测试条件的选择

褶合光谱法是根据待测样品的回收率接近 100.00% 和相对标准偏差 (RSD) 接近于零的标准选择最佳测试条件的。本文所选的最佳测试条件分别如下：盐酸麻黄碱的 n=10, j=2, W_m=278.0nm; 呋喃西林的 n=6, j=1, W_m=290.2nm。其中 n 为测试点数, j 为褶合阶次, W_m 为中间波长, 最佳褶合光谱见图 2, 图 3。

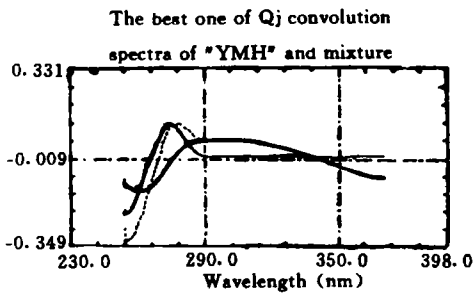
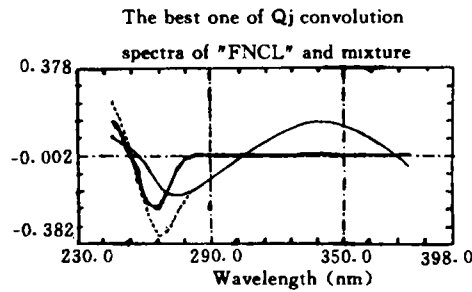


图 2 盐酸麻黄碱和混合物的最佳褶合光谱



— 待测组分
 - - - interfere 干扰组分
 ...mixture 混合组分

图 3 呋喃西林和混合物的最佳褶合光谱

(二)作者用文献^[4]中报道的双波长方法对呋麻滴鼻液进行含量测定,并将测定结果

与褶合光谱分析法的结果进行比较,结果见表 3。

表 3 双波长法与褶合光谱法比较(标示量%)

编号	投入量		褶合光谱法		双波长法	
	呋喃西林	盐酸麻黄碱	呋喃西林	盐酸麻黄碱	呋喃西林	盐酸麻黄碱
1	104.50	100.14	105.15	101.16	106.60	101.10
2	106.00	100.14	105.73	99.29	105.88	97.79
3	105.00	100.13	105.96	100.24	106.89	98.89

由表中数据可见,褶合光谱法的测定结果更接近实际投料量,而双波长法测定结果偏差较大,这主要是由于后者波长点的选择所造成的。由图 1 可见盐酸麻黄碱在 250~265nm 之间的峰形比较陡,所以双波长方法所选的 256nm 这一波长处的吸收度值的测定易造成较大的误差,而褶合光谱法是应用全光谱信息,不需要选择波长点,所以测定结果比较准确。

参考文献

[1]刘承叶,张素芬. 紫外分光光度法测定呋麻滴鼻液的含量. 中国医院药学杂志,1987;7(12):553.
 [2]贺国忠,孙汉涛. 吸收度线性组合分光光度法测定呋麻滴鼻液的含量. 中国医院药学杂志,1990;10(2):56.
 [3]贺国忠. 多波长吸收度比值差法测定呋麻滴鼻液的含量. 中国药学杂志,1992;27(12):734.
 [4]中国人民解放军总后勤部卫生部. 医疗单位制剂规范. 北京:人民军医出版社,1993:337.