

(一)本文采用水蒸汽蒸馏法蒸出麻黄碱,和制剂中的其它成分分离,提高了方法的专属性,小儿化痰止咳糖浆中的其它成分对测定无影响。

(二)含盐酸麻黄碱制剂的含量测定多采用中和法,小儿化痰止咳糖浆也可采用水蒸汽蒸馏法蒸出麻黄碱再用酸碱滴定,但中和法变色不明显,误差较大。

(三)实验过程中我们考察了溴麝香草酚兰溶液的用量、缓冲溶液的选择、络合时间等对测定的影响,结果以用 2ml 溴麝香草酚兰

溶液、pH5.6 磷酸盐缓冲溶液、络合时间 3min 为最佳,得到的吸收度最大。

(四)本法操作简便、快速、准确,在一般分光光度计上即可进行,便于推广。

参考文献

- [1]广西药品标准汇编.1993.117
- [2]浙江省药品标准.1993.21
- [3]金京顺.喘立宁胶囊中盐酸麻黄碱的含量测定.中国中药杂志.1994;19(1):30
- [4]张文婷,等.急支糖浆中盐酸麻黄碱的含量测定.现代应用药学.1994;11(5):37-8

甘油制剂检验方法的几项改进

许秀珍

(上海市浦东新区药品检验所 上海 201200)

摘要 甘油制剂含量测定时,采用精密称取一定克数,再经换算得到毫升数,操作简单、精确,避免了由于甘油的粘度带来的吸取困难和误差。苯酚甘油滴耳液中苯酚鉴别方法,先用乙醚提取再加三氯化铁试液能正确显示苯酚的鉴别反应,避免了不提取时甘油所产生的干扰。

关键词 甘油制剂;附着液;苯酚;三氯化铁;乙醚;软硬碱(SHAB)原则

甘油制剂是以甘油作基质配制而成的外用制剂。医院常用的有:糊剂、滴耳液和口腔制剂等。由于甘油具有粘稠度较大,使药物在局部滞留时间较长、疗效持久,但也一定程度上影响检验的准确性。为此,我们对甘油制剂的检验方法和操作方法进行一些探讨和改进。

一、测定含量的取样方法的改进

在含量测定时,大部分制剂要求精取一定毫升数,再用仪器分析或容量分析进行含量测定。

甘油很粘稠,用吸管精取会带来操作上的困难和误差。这是由于:①用吸管吸取粘稠的甘油比较困难,尤其是室温较低的情况下更加明显;②操作规程中往往要求用少量

水洗出移液管内壁的附着液。在操作中吸管吸取时往往先将甘油剂吸到刻度以上,再回至刻度线上,这样刻度以上的吸管壁上也有附着液,当用水清洗刻度线下的附着液时,会把这部分附着液一起洗下,从而影响取样的精确度。③当吸管放完样品时,尖端应滞留一定的量属于正常,用水洗后,把滞留在吸管尖端的样品也一同洗下,使样品量增多,影响体积的准确性。④用水洗下吸管内壁的附着液时,是否洗干净,也影响着取样的精确度。

针对以上存在问题,笔者作了以下的改进:

把精密量取一定毫升数改成精密称取一定克数,然后再按现行标准进行含量测定。

精密称取克数 = 精密量取毫升数 ×

1.26362^[1]

计算含量时再把称取的克数换算成毫升数,从而得到的是百分比含量%(g/ml)。

毫升数 = 精密称取克数 × 0.791377

(式中:1.26362 为比重;0.791377 为

1/1.26362)

用改进法测定了氯霉素滴耳液^[2]的含量(上海市浦东新区人民医院生产,批号 961025,浓度 2.5%),把标准规定中精取本品 2ml 改成精密称取本品约 2.5g,具体操作为:精取本品约 2.5g,置 50ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,精取稀释液 2ml 置 100ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,照分光光度法,按中国药典附录在 278 ± 1nm 波长处测定吸收度,按氯霉素(C₁₁H₁₂Cl₂N₂O₃)的吸收系数 E_{1cm}^{1%} 为 298 计,即得。

表 1 改进法测定氯霉素滴耳液含量的结果

序号	样品称量(g)	测得含量%(g/ml)
1	2.4759	2.672
2	2.5316	2.668
3	2.8246	2.684
4	2.5702	2.673
5	2.4693	2.687
6	2.5085	2.670
平均值		2.653
相对平均偏差(%)		0.26

由于精密称取一定克数样品,从而减少了由于吸取操作带来的困难,省时省力。上述试验中,检验结果的相对偏差远远小于 3%^[3]以下的要求,此操作方法是甘油剂含量测定中准确、实用的一种方法。

二、苯酚滴耳液中鉴别方法的改进

苯酚滴耳液在卫生部^[4]和上海^[2]现行标准中配方是:取苯酚 20g(或 10g)加入甘油至 1000g 混匀至溶解配制而成的。其鉴别反应也基本一致:即取样品少许,加三氯化铁试

液显紫堇色(兰紫色)。我们在多次实验中发现,样品加入三氯化铁试液后由于甘油的干扰不呈现紫堇色(兰紫色)而呈现黄棕色。因而,笔者对苯酚滴耳液鉴别方法进行了如下改进:

取样品 5ml,乙醚 5ml,用玻棒充分搅拌,静置,倾出乙醚液于蒸发皿中水浴蒸干,加水 0.5ml,使残渣溶解,加三氯化铁试液 1 滴,溶液显紫色。

络合物的稳定性的软硬碱原则(SHAB 原则)^[5]是将金属离子根据其接受孤电子对能力的强弱,电子轨道的易极化程度,得失电子的难易及电荷半径的大小分为硬酸,软酸与交界酸,同样道理将配位体分为硬碱、软碱及交界碱,SHAB 原则指出,软酸与软碱或硬酸与硬碱容易形成稳定的络合物。在苯酚滴耳液的现行鉴别反应中,因样品中直接加入三氯化铁试液,其中三价铁离子属于硬酸,甘油属于硬碱,它们之间可以形成稳定的络合物[Fe(OC₆H₅)₆]³⁻显黄色,而三氯化铁与苯酚反应显示的紫色^[6]被干扰,所以反应结果显黄棕色。

改进后,根据苯酚与甘油在乙醚中溶解度不同^[7],在样品中首先加入乙醚,将苯酚从甘油中提取到乙醚中,并将乙醚挥发掉,苯酚被分离出来,再加三氯化铁试液即显紫色。

以上经多次试验,都显相同结果。

参考文献

- [1]试剂手册·第二册·中国医药公司上海化学试剂供应站编,1984:47690
- [2]上海医院制剂手册·第三版,1995:326~9
- [3]国家医药管理局·药品检验操作标准,发布,1990:56
- [4]中国医院制剂规范,第一版,1989:144
- [5]恽魁宏主编·有机化学,第一版,1982:200
- [6]洪盈主编·有机化学,第二版,1991:218
- [7]南京药学院主编·无机化学,第一版,1978