

# HPLC 法测定氯雷他定片含量

康 军, 张 鹤

(辽阳市食品药品检验所, 辽宁辽阳 111000)

[摘要] 目的: 建立测定氯雷他定片中氯雷他定含量的高效液相色谱法。方法: 采用色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub>(200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-磷酸盐缓冲液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)(70:30), 流速为 1.0 ml/min, 检测波长为 247 nm, 柱温为 25℃。结果: 回归方程为  $Y=760\ 965X-82\ 937$ ,  $r=0.999\ 2$ ( $n=6$ )。表明进样量在 0.80~4.80 μg 范围内有良好的线性关系, 平均回收率为 99.60%,  $RSD$  为 0.39%( $n=9$ )。结论: 本法测定氯雷他定片的含量简单、灵敏、重现性好, 能够准确地控制药品质量。

[关键词] 高效液相色谱法; 氯雷他定片; 含量测定

[中图分类号] R927.2

[文献标识码] A

[文章编号] 1673-7210(2011)02(a)-056-03

## Content determination of Loratadine Tablets by HPLC

KANG Jun, ZHANG He

(Liaoyang Institute for Food and Drug Control, Liaoning Province, Liaoyang 111000)

[Abstract] **Objective:** To establish the content determination of Loratadine Tablets by HPLC method. **Methods:** The column was Diamonsil C<sub>18</sub> (200 mm × 4.6 mm, 5 μm); mobile phase was acetonitrile - phosphate buffer (pH value adjusted to 3.0 with phosphoric acid) (70:30); flow rate was 1.0 ml/min; detection wavelength was 247 nm; column temperature was 25℃. **Results:** The regression equation was  $Y=760\ 965X-82\ 937$ ,  $r=0.999\ 2$ ( $n=6$ ), which showed that the sample had good linear relationship in the range of 0.80 - 4.80 μg; the average recovery was 99.60% with  $RSD$  of 0.39%( $n=9$ ). **Conclusion:** This method is simple, sensitive and reproducible for the content determination of Loratadine Tablets. It can accurately control the drug quality.

[Key words] High performance liquid chromatography; Loratadine Tablets; Content determination

氯雷他定片用于缓解过敏性鼻炎的有关症状, 如喷嚏、流涕和鼻痒以及眼部瘙痒和烧灼感; 也用于缓解慢性荨麻疹及其他过敏性皮肤病的症状。其质量标准不同厂家使用的含量检测方法不一致, 本文采用高效液相色谱法测定氯雷他定片中氯雷他定的含量, 该方法准确、可靠、专属性强, 可用于该药品的质量控制。

### 1 仪器与试药

#### 1.1 仪器

高效液相色谱仪(日本岛津公司), 包括 LC-10AT<sub>vp</sub> 输液泵、SPD 10A<sub>vp</sub> 输液泵、SPD 10A<sub>vp</sub> 可变波长紫外检测器、TA-130 柱温箱和 ANASTAR 色谱数据处理系统; 兰博牌超声波清洗器 HS-3120 型; 赛多利斯电子天平 BP211-D; 电子天平 ES120J-4H。

#### 1.2 试药

氯雷他定片(成都永康制药有限公司 091101-1、河南九势制药股份有限公司 090802、北京星昊医药股份有限公司 091001), 氯雷他定对照品(中国生物制品检定所, 批号为 100615-200602, 按  $C_{22}H_{23}ClN_2O_2$  计, 本品含量为 99.8%), 乙腈为色谱纯, 磷酸二氢钠、磷酸氢二钠和磷酸为分析纯。

[作者简介] 康军(1970.11-), 男, 汉族, 本科, 副主任药师, 供职于辽阳市食品药品检验所。张鹤(1982.12-), 女, 汉族, 硕士研究生, 主管药师, 供职于辽阳市食品药品检验所。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件与系统适应性试验<sup>[1-7]</sup>

色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub>(200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-磷酸盐缓冲液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)(70:30), 流速为 1.0 ml/min, 检测波长为 247 nm, 柱温为 25℃, 进样量为 20 μl, 理论板数不低于 2 000。

#### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取氯雷他定对照品 20 mg, 置于 50 ml 容量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 1 ml, 置 10 ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于氯雷他定 20 mg), 置于 50 ml 容量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 制成对照品储备液。精密量取续滤液 1 ml, 置 10 ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.2.3 阴性样品溶液的制备 取不加氯雷他定的空白样品按“2.2.2”项下方法操作, 即得。

#### 2.3 阴性干扰试验

照上述色谱条件, 分别取对照品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液各 20 μl, 注入高效液相色谱仪中测定, 阴性样品在氯雷他定出峰处无干扰峰出现, 证明本方法可行。对照品和供试品的色谱图见图 1~2。

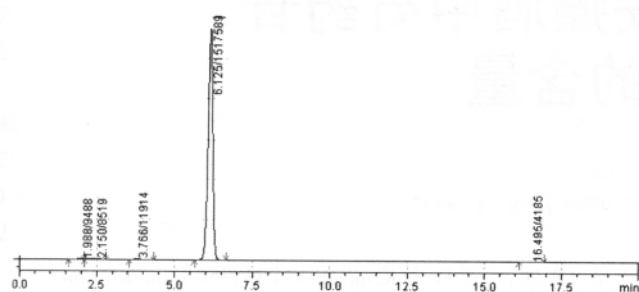


图 1 对照品高效液相色谱图

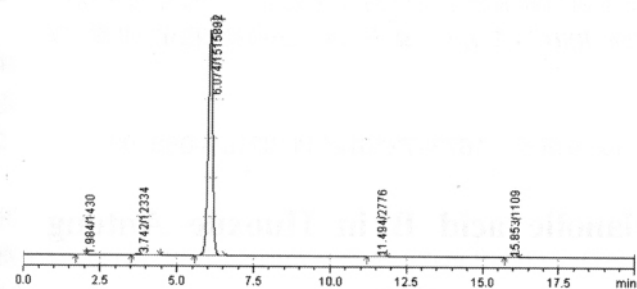


图 2 供试品高效液相色谱图

#### 2.4 线性试验

精密量取上述对照品储备液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 ml, 分别置于 10 ml 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 将上述溶液和氯雷他定对照品储备液各进样 20  $\mu$ l, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积  $Y$  为纵坐标, 进样量  $X$  为 ( $\mu$ g) 横坐标进行线性回归, 得回归方程为  $Y=760\ 965X-82\ 937$ ,  $r=0.999\ 2$  ( $n=6$ ), 表明进样量在 0.80~4.80  $\mu$ g 范围内有良好的线性关系。

#### 2.5 精密度试验

取“2.2.1”项下对照品溶液, 重复进样 6 次, 平均峰面积为 1 515 892,  $RSD$  为 0.48%。

#### 2.6 稳定性试验

取对照品溶液和供试品溶液(批号 091001)分别于 0、3、6、12、24 h 分别进行测定, 平均峰面积为 1 509 813 和 1 518 867,  $RSD$  分别为 0.58%、0.79%, 表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

#### 2.7 重复性试验

取供试品溶液(批号 091001)6 份, 按含量测定方法分别进行测定, 计算求得氯雷他定的平均含量为 95.7%,  $RSD$  为 0.42% ( $n=6$ ), 表明本法重复性良好。

#### 2.8 回收率试验

精密称取 9 份已知含量的同一批号样品(批号 091001, 含量为 95.7%, 约相当于氯雷他定 10 mg), 分别加入氯雷他定对照品适量, 使加入的 3 种对照品的量分别为标示量的 80%、100%、120%, 每种加入量各 3 份。按供试品溶液的制备方法配制供试品溶液, 测定氯雷他定的含量, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.60%,  $RSD$  为 0.39% ( $n=9$ )。见表 1。

表 1 回收率试验结果 ( $n=9$ )Tab.1 Results of recovery test ( $n=9$ )

序号	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	$RSD$ (%)
1	10.21	8.78	18.84	99.21	99.60	0.39
2	10.34	8.78	19.11	99.87		
3	10.12	8.78	18.91	100.09		
4	10.38	10.40	20.74	99.63		
5	10.44	10.40	20.81	99.75		
6	10.27	10.40	20.58	99.15		
7	10.36	12.12	22.50	100.14		
8	10.30	12.12	22.34	99.37		
9	10.41	12.12	22.43	99.16		

#### 2.9 样品测定

精密量取对照品溶液和供试品溶液各 20  $\mu$ l 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 按外标法计算含量。结果见表 2。

表 2 样品测定结果

Tab.2 Results of content determination of the samples

批号	氯雷他定含量 (%)	$RSD$ (%)
091101-1	97.5	0.67
090802	96.2	0.60
091001	95.1	0.42

### 3 讨论

#### 3.1 检测波长的选择

氯雷他定片(成都永康制药有限公司 091101-1)标准检测波长为 241 nm、(河南九势制药股份有限公司 090802)标准检测波长为 247 nm、(北京星昊医药股份有限公司 091001)标准检测波长为 280 nm, 氯雷他定在 247 nm 处有最大吸收, 因此选择 247 nm 作为检测波长<sup>[1-3,8]</sup>。

#### 3.2 流动相的选择

通过参考各生产厂家的检验标准, 分别进行试验, 确定流动相为乙腈-磷酸盐缓冲液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)(70:30), 此流动相比其他厂家标准获得更好的峰形, 分离效果好, 柱效较高。

#### 3.3 溶解方法的选择

本试验分别采用甲醇、磷酸氢二钠等溶剂溶解氯雷他定, 最后测定氯雷他定的含量, 结果认定乙腈-磷酸盐缓冲液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)(70:30)溶解效果最好。

我所在检验氯雷他定片时发现, 不同生产厂家的检验标准不同, 其中有高效液相色谱法、紫外分光光度法, 检测波长也不同, 高效液相色谱法的流动相也不一样。本文建立的 HPLC 法测定氯雷他定片, 方法简单、灵敏、重现性好, 能够准确地控制该药品质量。

#### [参考文献]

- [1] 国家食品药品监督管理局[S]. YBH10672004.
- [2] 国家食品药品监督管理局标准[S]. YBH21552005.
- [3] 国家食品药品监督管理局标准[S]. YBH00242005.
- [4] 崔京, 黄健, 霍立茹, 等. 氯雷他定片含量及有关物质的 HPLC 测定[J]. 中

# HPLC 法测定活血安痛酒中芍药苷、丹酚酸 B 的含量

黄开颜,戴冰,刘红宇

(湖南中医药大学第一附属医院,湖南长沙 410007)

[摘要] 目的:采用 HPLC 测定活血安痛酒中芍药苷、丹酚酸 B 的含量。方法:色谱柱为 Kromasil C<sub>18</sub> 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)。流动相:测定芍药苷为甲醇-1%冰醋酸水溶液(30:70),检测波长为 230 nm;测定丹酚酸 B 为甲醇-乙腈-1%冰醋酸水溶液(27:13:60),检测波长为 286 nm。柱温:25℃;流速:1 ml/min。结果:芍药苷、丹酚酸 B 的进样量分别在 0.24~2.40 μg ( $r=0.999\ 7, n=6$ )、0.32~3.20 μg ( $r=0.999\ 4, n=6$ ) 的范围内与峰面积呈良好的线性关系。芍药苷的平均回收率为 99.26%,RSD 为 1.58%;丹酚酸 B 的平均回收率为 98.22%,RSD 为 2.16%。结论:该方法简捷、稳定、可靠,拟作为有效控制活血安痛酒质量的参考指标。

[关键词] 活血安痛酒;芍药苷;丹酚酸 B

[中图分类号] R927.2

[文献标识码] A

[文章编号] 1673-7210(2011)02(a)-058-03

## Determination of Paeoniflorin and Salvianolic acid B in Huoxue Antong Wine by HPLC

HUANG Kaiyan, DAI Bing, LIU Hongyu

(The First Affiliated Hospital, TCM University of Hu'nan Province, Changsha 410007, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determination of Paeoniflorin and Salvianolic acid B in Huoxue Antong Wine by HPLC. **Method:** The sample was separated on Kromasil C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm) column, the mobile phase was methanol-1% glacial of water(30:70) for Paeoniflorin at a flow rate of 1.0 ml/min and the detection wavelength was 230 nm and the column temperature was 25℃. Another was methanol-acetonitrile-1% glacial of water (27:13:60) for Salvianolic acid B at a flow rate of 1.0 ml/min and the detection wavelength was 286 nm and the column temperature was 25℃. **Results:** The calibration curves were linear in the range of 0.24~2.40 μg for Paeoniflorin ( $r=0.999\ 7, n=6$ ) and 0.32~3.20 μg for Salvianolic acid B ( $r=0.999\ 4, n=6$ ). The average recovery of Paeoniflorin was 99.26% with RSD of 1.58%; the average recovery of Salvianolic acid B was 98.22% with RSD of 2.16%. **Conclusion:** The method is simple, accurate, reproducible and can offer references for the quality control of Huoxue Antong Wine.

[Key words] Huoxue Antong Wine; Paeoniflorin; Salvianolic acid B

活血安痛酒为我院医院制剂,已临床应用四十余年,疗效确切,能祛风除湿、活血镇痛,主要用于风寒湿痹所致的肢体麻木、腰腿疼痛以及陈旧伤痛;由安痛藤、丹参、赤芍、牛膝、熟地黄等十几味中药粉碎成粗粉,白酒浸泡过滤后矫味而成。目前其质量标准还比较粗放,尚无内在成分含量测定,对其产品质量进行准确有效控制存在盲点;由此笔者试图通过测定活血安痛酒中脂溶性成分隐丹参酮、丹参酮 A(另文讨论),水溶性成分芍药苷、丹酚酸 B 的含量<sup>[1-8]</sup>,探讨更加准确、有效地控制其产品质量的方法,更好地保证其质量稳定

性。

### 1 仪器与试药

Agilent1100 高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司);分析天平 DT-100(北京光学仪器厂)。

芍药苷对照品(批号 110736-200320,供含量测定用)和丹酚酸 B 对照品(批号 111562-200605,供含量测定用)均购自中国药品生物制品检定所;甲醇(色谱纯,天津市密欧化学试剂有限公司,20100508);乙腈(色谱纯,上海豪恩化工有限公司,20080325);其余试剂均为分析纯,水为注射用水。活血

国医药工业杂志,2002,33(6):294-295.

[5] 崔颀,杨新建,王雷,等.不同厂家氯雷他定片的溶出度考查[J].天津药学,2007,19(5):24-25, 41.

[6] 龚春燕,申国庆,郭静.3 个药厂地氯雷他定片的溶出度考察[J].江苏药学与临床研究,2005,13(2):56-58.

[7] 崔京,霍立茹.氯雷他定片含量及有关物质的 HPLC 测定[J].中国医药工业杂志,2002,33(6):294-295.

[8] 林志华.紫外分光光度法测定氯雷他定片的含量及含量均匀度[J].药物分析杂志,1996,16(1):53.

(收稿日期:2010-11-12)