

药品检验·药品质量

HPLC法测定复方岩白菜素片中马来酸氯苯那敏的含量

邢亮彬, 张西茹, 王润彪 (河北省药品检验所, 石家庄 050011)

摘要: 采用高效液相色谱法测定复方岩白菜素片中马来酸氯苯那敏的含量。色谱柱为 Diamonsil C₁₈, 流动相: 乙腈 - 0.3% 十二烷基硫酸钠 - 磷酸 (60: 40: 0.02), 用三乙胺调 pH 值为 4.5, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长: 210 nm, 马来酸氯苯那敏在 0.949~7.592 μg·mL⁻¹ 范围内呈良好线性关系 ($r=0.9999$), 回收率为 99.01% ($n=9$), RSD 为 0.20%。

关键词: 复方岩白菜素片; 马来酸氯苯那敏; 高效液相色谱法

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1002- 7777 (2007) 01- 0044- 02

Determination of Chlorphenamine Maleate in Bergenin Compositae Tablets by HPLC

Xing Liangbin, Zhang Xiru and Wang Runbiao (Institute for Drug Control of Hebei Province, 050011)

ABSTRACT A HPLC method was established for the determination of Chlorphenamine Maleate in Bergenin Compositae Tablets. A Diamonsil C₁₈ column was used with acetonitrile, 0.2% sodium dodecyl sulfate solution and phosphoric acid (60: 40: 0.02, adjusted to pH 4.5 with triethylamine) as the mobile phase at a flow rate of 1.0 mL·min⁻¹, and detected at the wavelength of 210 nm. There was a good linear relationship between the concentration and peak area ($r=0.9999$), which the linear range of the determination is 0.949~7.592 μg·mL⁻¹. The average recovery was 99.01% and RSD was 0.02%.

KEY WORDS Chlorphenamine Maleate; Bergenin Compositae Tablets; HPLC

复方岩白菜素片其质量标准收载于卫生部药品标准化学药品及制剂第一册^[1], 其中岩白菜素在质量标准中采用紫外分光光度法测定其含量, 亦有文献报道采用高效液相色谱法测定其含量^[2]。另一成份马来酸氯苯那敏在质量标准中未进行定量测定, 本文采用高效液相色谱法测定复方岩白菜素片中马来酸氯苯那敏的含量, 该方法准确、可靠、专属性好, 可用于该药品的质量控制。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: Waters 515 泵、waters 2487 检测器、waters 717 自动进样器、GS2010 色谱工作站 (北京汇博精瑞科技有限公司)。

马来酸氯苯那敏对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 10047- 9904), 复方岩白菜素片 (云南白药集团大理药业有限公司, 批号 20031258, 20031257, 20031259); 甲醇、乙腈为色谱纯, 十二烷基磺酸钠及磷酸、三乙胺为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ (4.6 × 150 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈 - 0.3% 十二烷基硫酸钠 - 磷酸 (60: 40: 0.02), 用三乙胺调 pH 值为 4.5, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长: 210 nm, 柱温: 25℃, 进样量 10 μL, 理论板数: 4286, 分离度: 6.3, 色谱图见图。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取 105℃干燥至恒重的马来酸氯苯那敏 9.49 mg 置 100 mL 量瓶中。加流动相适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为贮备液。精密量取贮备液 2.00 mL 置 10 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 作为对照品溶液。

2.3 线性试验

精密量取贮备液 0.5, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 mL 分别置 10 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀,

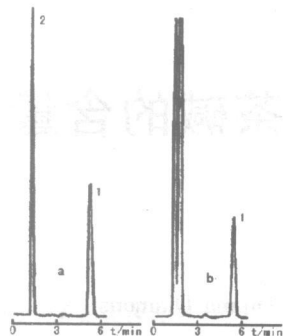


图 复方岩白菜素片 HPLC 色谱图

a. 对照品; b. 样品; 1. 氯苯那敏; 2. 马来酸

精密量取 10μL，注入色谱仪，记录色谱图，以马来酸氯苯那敏浓度（C）为横坐标，峰面积（A）为纵坐标计算，得回归方程： $A = 2.3357 \times 10^{-6} C - 2.0728 \times 10^6$ ， $r = 0.9999$ 。说明马来酸氯苯那敏在 0.949~7.592μg·mL⁻¹ 浓度范围内线性关系良好。

2.4 精密密度试验

取“2.2”项下对照品溶液，重复进样 6 次，记录峰面积，峰面积平均值为 418959.5 RSD 为 0.1%。

2.5 稳定性试验

取“2.2”项下对照品溶液经 0 小时、2 小时、4 小时、8 小时、10 小时分别注入色谱仪，记录峰面积，RSD 为 0.1%，说明溶液在 8 小时内稳定。

2.6 重复性试验

取同一批号样品按“2.8”项下的方法，测定 6 次，求得马来酸氯苯那敏的平均含量为 89.63%，RSD 为 0.54%（n=6）。

2.7 回收率试验

取已知马来酸氯苯那敏含量的复方岩白菜素片 20 片，精密称定 3.1186g 平均片重为 0.1559g/片，研细，精密称取细粉适量（约相当于 1/4 片的量）共 9 份，分成三组，分别置 50mL 量瓶中，加流动相适量使溶解，每组分别精密加入线性方程项下的贮备液 4.00mL、5.00mL、6.00mL，再加入流动相稀释置刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10μL，注入色谱仪，记录色谱图，计算马来酸氯苯那敏的加样回收率，结果见表 1。

2.8 样品测定

取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当于马来酸氯苯那敏 1mg），置 50mL 量瓶，加流动相适量使溶解并稀释置刻度，摇匀，

滤过。另精密称取 105℃干燥至恒重的马来酸氯苯那敏 10mg 置 100mL 量瓶中。加流动相适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 2.00mL 置 10mL 量瓶中，加流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取续滤液 10μL，注入色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算马来酸氯苯那敏的含量，结果见表 2。

表 1 回收率测定结果（n=9）

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.8932	0.7592	1.6433	98.80		
0.8846	0.7592	1.6362	98.99		
0.8933	0.7592	1.6467	98.84		
0.8977	0.9490	1.8405	99.34	99.01	0.20
0.8963	0.9490	1.8355	98.96		
0.8922	0.9490	1.8307	98.89		
0.8931	1.1388	2.0219	99.12		
0.8990	1.1388	2.0251	98.89		
0.8972	1.1388	2.0280	99.29		

表 2 3 批样品中马来酸氯苯那敏的含量

批号	含量 (%)	均值 (%)
20031257	99.65 99.83 100.10	99.86
20031258	98.76 99.28 98.66	98.90
20031259	100.13 100.32 99.87	100.11

3 讨论

复方岩白菜素片是一种中西结合的复方制剂，复方岩白菜素片中马来酸氯苯那敏的规格为 1mg/片。曾有报道用一阶导数光谱法和酸性染料比色法测定复方岩白菜素片中马来酸氯苯那敏的含量^[3,4]。方法操作繁琐、费时。本文建立的 HPLC 法测定复方岩白菜素片中马来酸氯苯那敏的方法简便、快速、灵敏、重现性好。可以作为该药品马来酸氯苯那敏的含量测定方法。

参考文献:

[1] 卫生部药品标准 [S]. 化学药品及制剂. 第一册, 1989 89

[2] 王夏炎, 毛威. HPLC 测定抗敏鼻炎片中扑尔敏和维生素 B₁ 的含量 [J]. 中国药业, 2004 11 (16): 50

[3] 赵永成. 一阶导数光谱法测定复方岩白菜素片中的马来酸氯苯那敏的含量 [J]. 中国药学杂志, 1997 32 (增刊): 103

[4] 郭丙炎, 王岚. 酸性染料比色法测定复方岩白菜素片中的马来酸氯苯那敏片的含量 [J]. 中国医院药学杂志, 2000 20 (12): 725