

HPLC 测定鼻可灵喷雾剂中氧氟沙星和盐酸麻黄碱的含量

吴朝晖 张守尧 邓葛峰¹ 张忠义 邹恒琴(广州 510283 第一军医大学珠江医院; ¹ 黄山解放军 532 医院)

摘要 采用高效液相色谱法,同时测定了鼻可灵喷雾剂中氧氟沙星和盐酸麻黄碱的含量。色谱柱为 Hypersil BDS (4mm×250mm),流动相为 0.1% 三乙胺(用磷酸调 pH 至 3.2)-乙腈(85:15),检测波长为 256nm。两被测组分的回收率分别为氧氟沙星 100.2%,盐酸麻黄碱 100.7%,日内、日间偏差均小于 5%。

关键词 高效液相色谱法;氧氟沙星;盐酸麻黄碱;鼻可灵喷雾剂

The determination of ofloxacin and ephedrine hydrochloride in Bikeling nasal drops by HPLC

Wu Zhaohui(Wu ZH), et al (Zhujiang Hospital, The First Military Medical University, Guangzhou 510282)

ABSTRACT Ofloxacin and ephedrine hydrochloride in Bikeling nasal drops were simultaneously determined by HPLC. The column was hypersil BDS (4mm×250mm). The mobile phase was 0.1% triethylamine (adjusted to pH 3.2 with phosphoric acid)-acetonitrile (85:15). The detective wavelength was 256nm and the flow rate was 1ml/min. The average recovery and relative standard deviation were 100.2%, 0.87% for ofloxacin and 100.6%, 1.55% for ephedrine hydrochloride. The relative standard deviation of within-day and between-day were all less than 5%.

KEY WORDS HPLC, ofloxacin, ephedrine hydrochloride, Bikeling nasal drops

鼻可灵喷雾剂是我院研制的新一代鼻腔用药,每 1000ml 含氧氟沙星 5g、盐酸麻黄碱 10g、地塞米松磷酸钠 0.6g、氯化钠 5g、浓薄荷水 20ml。临床用于治疗急性鼻炎、鼻窦炎。由于成分复杂,一直没有良好的质量控制方法,文献^[1,2]分别报道了用 HPLC 测定呋麻滴鼻液中的盐酸麻黄碱及眼膏中氧氟沙星的含量,但均不适用于本制剂的测定,未见有该两组分同时测定的报道。本文建立的高效液相色谱法,能同时准确定量两组分,为鼻可灵喷雾剂提供了良好的质量控制方法。

1 仪器和试剂

LC-6A 高效液相色谱仪, C-R4A 数据处理仪, SPD-6AV 可变波长紫外检测器(日本岛津)。

氧氟沙星经重结晶精制,盐酸麻黄碱为对照品,其它原料均为药用规格。鼻可灵喷雾剂由本院普通制剂室配制。所用试剂均为分析纯。

2 实验方法和结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 Hypersil BDS (4mm×250mm),流动相为 0.1% 三乙胺(磷酸调 pH 至 3.2)-乙腈(85:15),流速 1ml/min,纸速为 2mm/min,检测波长为 256nm。

2.2 标准曲线

取氧氟沙星约 0.15g,盐酸麻黄碱 0.3g,精密称定,共置于 100ml 量瓶中,加水 20ml,使盐酸麻黄碱溶解,再滴加醋酸并振摇,使氧氟沙星溶解,再按处方比例加入其它原料,加水稀释至刻度,摇匀。精密量取此液 0.5, 0.8, 1.0, 1.3, 1.7, 2.0ml,分别置于 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。按上述色谱条件,取 10 μ l 进样测定,每个浓度进样三次。

以被测组分浓度 c 为横坐标,峰面积 A 为纵坐标回归,得直线方程为:氧氟沙星 $A = 9622.26c - 18350.22$, $r = 0.9998$ 。盐酸麻黄碱 $A = 274.04c - 48.78$, $r = 0.9996$ 。氧氟沙星在 7.317 ~ 29.268 μ g/ml、麻黄碱在 14.51 ~ 58.04 μ g/ml 浓度范围内线性关系良好。

2.3 空白试验

去除氧氟沙星、盐酸麻黄碱之外的其它成分,按处方比例配成空白溶液,精密取该液 1ml,加水稀释至 250ml,取 10 μ l 进样,结果,90min 内无峰。

2.4 回收率

按处方比例,两主要组分含量在 $\pm 20\%$ 范围内波动,加其它成分,精密配制 5 份模拟样品。精密量取该

样品 1ml,加水稀释至 250ml,取 10 μ l 进样测定,每个样品进样三次,取平均值按标准曲线计算浓度,求得两组的平均回收率($n=5$)为:氧氟沙星 100.2%, $RSD=0.87\%$;盐酸麻黄碱 100.6%, $RSD=1.55\%$ 。

2.5 精密度

取浓度为氧氟沙星 14.78 μ g/ml 麻黄碱 33.79 μ g/ml 的样品,精密稀释 250 倍后,日内($n=5$)日间($n=4$)反复进样,计算日内日间偏差,结果日内偏差分别为 0.96%,1.52%,日间偏差分别为 2.76%,3.84%。

2.6 样品测定

精密量取鼻可灵喷雾液 1ml,置于 250ml 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。精取 10 μ l 进样测定,每个样品进样三次,取平均值按标准曲线计算各组分含量,结果见附表。色谱见附图。

附表 样品测定结果(占表示量%, $n=3$)

样品	氧氟沙星	盐酸麻黄碱
1	97.63	98.02
2	97.54	102.46
3	99.70	101.21

3 讨论

由于地塞米松的含量很少,且吸收较弱,所以在测定浓度下不产生吸收峰干扰测定。盐酸麻黄碱虽然含



附图 样品的色谱图

1-麻黄碱;2-氧氟沙星

量高过氧氟沙星一倍,但吸收系数很小,故检测波长选在盐酸麻黄碱的吸收峰上,以提高灵敏度。

参考文献

- 1 姚小梅,李康乐.高效液相色谱法同时测定呋麻滴鼻液中两组分的含量.中国医院药学杂志,1996,16(2):78.
- 2 陈桂良,张顺妹,许真之.氧氟沙星眼膏的 HPLC 和紫外分光光度测定.中国医药工业杂志,1995,26(3):122.

收稿日期:1997-07-11