

# 反相高效液相色谱法测定磷酸苯哌丙烷口服液的含量

何树芸 党全训(西安 710061 陕西省药品检验所)

磷酸苯哌丙烷是一种非麻醉性镇咳药。广泛用于治疗慢性支气管炎及各种刺激引起的咳嗽。其原料、片剂、胶囊剂均收载于《中国药典》1995年版上。而口服液则收载于卫生部部标准<sup>[1]</sup>上。在部标准中,口服液的含量测定采用经石油醚反复提取后,测定其紫外吸收。此种方法麻烦费事,且操作误差较大。本文首次采用反相高效液相色谱法测定磷酸苯哌丙烷口服液的含量,方法简便、快速、准确。测定的6次平均回收率为99.1%,结果比较满意。

## 1 仪器与试剂

SP 高效液相色谱仪:8800 泵,8450 紫外检测器,4290 数据处理机。磷酸苯哌丙烷对照品(用非水法测定含量为99.8%)。扑尔敏(用归一化法测定含量为99.7%)。试剂均为分析纯。

## 2 色谱条件

色谱柱:SPHERI-5 C<sub>8</sub> 柱 5 $\mu$ m(22 $\times$ 0.21mm)。流动相:乙腈-水(45:50),加1%的三乙胺再用磷酸调至pH为7.5。流速:0.5ml/min。检测波长:270nm。

## 3 校正因子的测定

取磷酸苯哌丙烷对照品约25mg,精密称定用水溶解并稀释至25ml,作为对照液;另取扑尔敏适量,用水溶解并稀释成0.3mg/ml溶液,作为内标溶液。精密吸取对照液5ml,加等体积的内标溶液,混匀后,进样10 $\mu$ l,根据峰面积计算校正因子 $f=2.115$ 。

## 4 线性关系

分别吸取对照液1.0,2.0,3.0,4.0和5.0ml于10ml量瓶中,各加内标液3ml,用水稀释到刻度,混匀后各进样10 $\mu$ l,用相对峰面积与相对浓度作图呈一直线,回归方程为: $A=0.4588c+0.026$ , $r=0.9998$ 。

## 5 精密度试验

精密称取磷酸苯哌丙烷配制成1mg/ml的溶液加等体积的内标溶液,混匀后连续进样6次,计算出含量的平均值为99.6%, $RSD=1.01\%$ 。

## 6 样品的测定

精密吸取样品溶液,用水稀释成1mg/ml溶液,取出适量,加等体积的内标溶液,混匀后进样10 $\mu$ l,色谱行为见图1。同时绘制出了处方量辅料的色谱图,见图2。6批样品分别用HPLC和提取法测定的结果见附表。

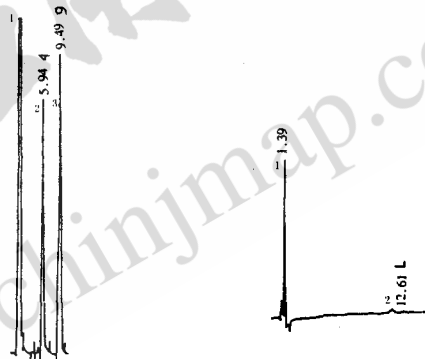


图1 样品色谱图

图2 辅料色谱图

1-溶剂峰;2-内标峰;

1-溶剂峰;2-杂质峰

3-磷酸苯哌丙烷峰

附表 样品测定结果( $n=3$ )

| 样品号 | 规格     | HPLC(%) | RSD(%) | 提取法(%) | RSD(%) |
|-----|--------|---------|--------|--------|--------|
| 1   | 1mg/ml | 100.6   | 0.51   | 105.2  | 2.1    |
| 2   | 1mg/ml | 99.9    | 0.47   | 104.8  | 2.3    |
| 3   | 1mg/ml | 100.1   | 0.69   | 104.6  | 2.0    |
| 4   | 2mg/ml | 135.7   | 0.91   | 138.9  | 2.9    |
| 5   | 2mg/ml | 139.5   | 0.97   | 139.3  | 2.7    |
| 6   | 2mg/ml | 135.4   | 0.77   | 137.5  | 2.1    |

## 7 回收试验

在上述测定条件中,按处方量称取磷酸苯哌丙烷及辅料(平行 2 份),混匀后进样,计算回收率。6 次测得平均回收率为 991%, $RSD = 1.01\%$ 。

## 8 讨 论

8.1 用反相高效液相色谱法和提取法测定磷酸苯哌丙烷的含量,前者方便,后者麻烦,同批样品两者测定结果最大相差 5%。

8.2 用高效液相测其含量时,流动相溶液的 pH 值对分离效果影响较大。pH 值高于 7.7,保留时间较长;pH

值低于 7.2 时,则峰的分度小于 1.5。故流动相溶液的 pH 值应严格的控制在 7.3 ~ 7.6。

## 参考文献

- 1 卫生部部标准(试行).WS179(X-139)-90;WS-179(X-138)-90.
- 2 陈珍珊,郑子栋,杨苑健,等.双相滴定测定磷酸苯哌丙烷片的含量.药物分析杂志,1996,(1):47.
- 3 中国药典.二部.1995:1138.

收稿日期:1998-02-25