

# 高效液相色谱法测定消痰咳片的含量

王红梅 徐丽美 张水龙(厦门 361012 厦门市药品检验所)

**摘要** 目的:采用反相色谱法同时测定消痰咳片中两种主要成分甲氧苄啶和磺胺林的含量。方法:以乙腈:0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(15:85)为流动相,检测波长 254nm, HPLC 法测定含量。结果:试验表明,甲氧苄啶和磺胺林在 0.8~8 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系,回归方程分别为  $Y = -1127.1 + 110.2x$  ( $r = 0.9994$ ),  $Y = -1852.3 + 256.2x$  ( $r = 0.9996$ ), 相对标准偏差分别为 2.1% 和 0.8%。结论:该方法简便、准确、可靠。

**关键词** 反相高效液相色谱;消痰咳片;甲氧苄啶;磺胺林

## Simultaneous Determination of Trimethoprim and Sulfalene in Xiao Tang Ke Tablets by High performance Liquid Chromatography

Wang Hong Mei ( Wang H M ), Xu Li Mei ( Xu L M ), Zhang Shui Long ( Zhang S L ) ( Xia Men Institute for Drug Control 361012 )

**ABSTRACT OBJECTIVE:** To develop a reversed-phase high performance liquid chromatographic method for the simultaneous determination of Trimethoprim and Sulfalene in Xiao Tang Ke Tablets. **METHOD:** The mobile phase was acetonitrile 15% and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(0.1%) 85%. The detector wavelength was set at 254nm and the flow rate was 2.0 ml/min. **RESULTS:** The linear ranges were 0.8-8 $\mu$ g/ml (Trimethoprim) ( $Y = -1127.1 + 110.2x$ ,  $r = 0.9994$ ) and Sulfalene ( $Y = -1852.3 + 256.2x$ ,  $r = 0.9996$ ). The relative standard deviations were 2.1% (Trimethoprim) and 0.8% (Sulfalene) ( $n = 5$ ). **CONCLUSION:** This method was simple, rapid and sensitive.

**KEY WORDS** reversed-phase high performance liquid chromatographic, Xiao Tang Ke Tablets, trimethoprim, sulfalene

消痰咳片是由厦门制药厂生产的一种止咳祛痰的药物,它是由枇杷叶、买麻藤经水煮浓缩的浸膏及鱼腥草素钠、盐酸苯丙哌酮、甲氧苄啶、磺胺林制成的复方制剂。其分析方法未见文献报导,中国药典收录了鱼腥草素钠、甲氧苄啶、

磺胺林,上海市药品标准收录了盐酸苯丙哌酮,但其分析方法专属性不高,未能解决含量测定。本实验采用反相高效液相色谱法能同时定量测定甲氧苄啶和磺胺林的含量。由于鱼腥草素钠、盐酸苯丙哌酮极性较小,在本实验的流动相中

王红梅,女,32岁。1992年毕业于中国药科大学药剂专业。主管药师

检不出峰,故本文对鱼腥草素钠、盐酸苯丙哌酮不作含量测定。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器与试剂

仪器:Waters 高效液相色谱仪;490 紫外检测器;740 积分仪。

试剂:乙腈(色谱纯);水(二次蒸馏水);其它试剂均为分析纯。所有试剂和样品均经过滤。0.45 $\mu$ m 的滤膜过滤。

对照品:甲氧苄啶、磺胺林(中国药品生物制品检定所)

样品(厦门制药厂)

### 1.2 色谱条件

色谱柱:Nuclesosil 7C<sub>18</sub> 250 \* 4.6 mm mid (大连化物所)

流动相:乙腈:0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> = 15:85

检测波长:254nm 柱温:40℃ 流速:2.0 ml/min

### 1.3 样品处理

取本品 10 片,除去糖衣,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于甲氧苄啶、磺胺林各 20 mg),置 100 ml 量瓶中,加甲醇溶解并定容,滤过。

### 1.4 对照品处理

精密称取 105℃ 干燥至恒重的甲氧苄啶、磺胺林对照品各 20 mg,置 100 ml 量瓶,加甲醇溶解并定容。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 流动相选择

经过用甲醇、乙腈、水及不同浓度的磷酸配制成的混和液作流动相比较,当用乙腈:0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(15:85)为流动相时,甲氧苄啶和磺胺林能达到较好的分离度,且峰形较好。用甲醇作流动相,中药成分未能完全分开。

### 2.2 线性关系的考察

精密称取甲氧苄啶、磺胺林对照品各 20 mg,置 250 ml 量瓶,加甲醇溶解并定容。精密吸取该对照液 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 $\mu$ l 按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积分值为纵坐标,甲氧苄啶、磺胺林量为横坐标绘制标准曲线,计算回归方程,甲氧苄啶:  $Y = -1127.1 + 110.2x$   $Y = 0.9994$  磺胺林:  $Y = -1852.3 + 256.2x$   $Y = 0.9996$ ,结果表明:甲氧苄啶、磺胺林在 0.8—8 $\mu$ g 范围内有良好的线性关系。

### 2.3 回收率的测定

采用加样回收率法,精密称取已知含量的样品细粉适量(约相当于甲氧苄啶、磺胺林各 10 mg)5 份,置 100 ml 量瓶中,加甲醇约 30 ml 溶解,精密加入上述对照液 50 ml,并加甲醇至刻度,摇匀。按上述色谱条件测定,以下式计算回收率,结果见下表 1—2,表明本法具有良好的回收率。

$$\text{回收率} = \frac{\text{测得量} - \text{制剂中量}}{\text{添加量}} \times 100\%$$

### 2.4 精密度的测定

精密吸取对照液(0.2 mg/ml)重复进样 5 次,进样量 20 $\mu$ l,测定峰面积的相对标准偏差分别为甲氧苄啶 RSD = 0.8%,磺胺林 RSD = 0.81%。

### 2.5 重现性的测定

按含量测定方法对同批样品平行测定 5 次,测得的含量的相对标准偏差分别为甲氧苄啶 RSD = 2.7%,磺胺林 RSD = 1.1%。

表 1 甲氧苄啶回收率试验(n = 5)

实验次数	制剂中甲氧苄啶量 (mg)	添加甲氧苄啶量 (mg)	测得甲氧苄啶量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	9.91	10.05	19.66	97.01		
2	9.87	10.05	19.74	98.21		
3	10.18	10.05	20.26	100.30	99.4	2.0
4	10.08	9.98	19.98	99.20		
5	10.22	9.98	20.43	102.30		

表 2 磺胺林回收率试验(n = 5)

实验次数	制剂中磺胺林量 (mg)	添加磺胺林量 (mg)	测得磺胺林量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	10.22	9.82	19.87	98.27		
2	9.93	9.82	19.74	99.90		
3	10.08	9.82	19.94	100.41	99.5	1.1%
4	9.87	10.03	19.73	98.31		
5	10.07	10.03	20.15	100.50		

### 2.6 稳定性试验

取同一份供试品溶液分别在 0, 6, 12, 24h 进样测定,样品峰面积基本不变,甲氧苄啶 RSD = 0.9%,磺胺林 RSD = 1.2%。

### 2.7 空白试验

按处方及生产工艺模拟制备不含主成分的空白样品,按 1.3 项下操作,制成空白对照液进样测试,结果在与两主成分相应的保留时间出峰处无干扰。

### 2.8 样品测定

分别精密吸取对照液和供试液各 20 $\mu$ l,按上述色谱条件测定,结果见表 3。

表 3 样品测定结果

批号	甲氧苄啶含量标示量 %	磺胺林含量标示量 %
960801	99.12	98.04
960802	101.62	98.68
960803	97.50	97.50
960804	102.52	100.21
960805	98.81	100.90

## 3 讨论

3.1 文献报道采用 0.05 mol/L 醋酸钠(PH4.0)甲醇溶液为流动相,未能将中药浸膏成分分开,经过多种流动相比较,以乙腈-0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(15:85)为流动相,可以得到较好的分离效果。

3.2 磺胺林、甲氧苄啶在水中几乎不溶或不溶,因此选用甲醇作溶剂,即可减少中药浸膏的溶解度,又可以将主药成分溶解,操作简便,溶解完全。

3.3 改用极性小的流动相,鱼腥草素钠有一较小的峰,但峰与甲氧苄啶、磺胺林三组分重叠在一起。盐酸苯丙哌酮的峰

呈馒头锋不对称。

### 参考文献

1 安登魁主编. 药物分析. 济南: 济南出版社, 1992: 828.

2 中国药典二部, 1995: 142 - 143, 1113 - 1114.

3 上海市药品标准上册, 1980: 307.

收稿日期: 2001 - 03 - 06