

高效液相色谱法同时测定西替利嗪/麻黄素滴鼻剂中二组分的含量

任耘¹, 崔琳² (1. 天津医科大学总医院药剂科, 天津 300052; 2. 天津医科大学药学系 99 级实习生, 天津 300071)

摘要:目的 用 HPLC 法同时测定滴鼻剂中盐酸西替利嗪和盐酸麻黄素的含量。方法 采用 C_{18} 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.01 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钠(60:40), 检测波长 230 nm 和 257 nm (0~3 min:257 nm; 3~15 min:230 nm)。结果 盐酸西替利嗪和盐酸麻黄素在 40~400 μg·mL⁻¹ 浓度内呈良好线性关系, 平均回收率分别为 99.56% 和 101.12%, RSD 分别为 %1.13 和 1.02% ($n=3$)。结论 该方法可同时测定滴鼻剂中盐酸西替利嗪和盐酸麻黄素的含量。

关键词: 高效液相色谱法; 盐酸西替利嗪; 盐酸麻黄素

中图分类号: R917.70.1; R976

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2004)06-0494-03

Simultaneous determination of both constituents in the cetirizine/ephedrine nasal drops by HPLC

REN Yun, CUI Lin (Department of pharmacy, General Hospital of Tianjin Medical University, Tianjin 300052, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the simultaneous determination of cetirizine hydrochloride and ephedrine hydrochloride in the nasal drops by HPLC. **METHOD** The C_{18} column was used, the mixture of methanol-0.01 mol·L⁻¹ sodium dihydrogen phosphate (60:40, v/v) was used as mobile phase. The detection wavelengths were set at 230 nm and 257 nm (0~3 min: 257 nm; 3~15 min: 230 nm). **RESULTS** The linear range was 40~400 μg·mL⁻¹ for cetirizine hydrochloride and ephedrine hydrochloride. The average recoveries of cetirizine hydrochloride and ephedrine hydrochloride were 99.56% and 101.12%.

respectively, and RSDs were 1.13 and 1.02 % respectively($n = 3$). **CONCLUSION** This method is accurate for the simultaneous determination of both constituents in the nasal drops.

KEY WORDS: HPLC; cetirizine hydrochloride; ephedrine hydrochloride

西替利嗪/麻黄素滴鼻剂系由盐酸西替利嗪与盐酸麻黄素 2 种主要成分组成的一种复方制剂,盐酸西替利嗪与盐酸麻黄素均含 1 %。该滴鼻剂具有抗组胺和收缩血管的双重作用,可用于治疗常年性和季节性过敏性鼻炎,以及感冒引起的鼻塞等。为了控制本品的质量,采用 HPLC 同时测定二组分的含量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

BECKMAN 高效液相色谱仪(BECKMAN 公司)、UV260 型紫外分光光度计(日本岛津)、pHS-3C 精密 pH 计(上海市雷磁仪器厂)。

1.2 试剂

盐酸西替利嗪(苏州东瑞制药有限公司);盐酸麻黄碱(赤峰制药厂生产,批号 420026,北京中顺制药厂分装,批号 000601);盐酸西替利嗪和盐酸麻黄碱对照品(天津市药检所);西替利嗪/麻黄素滴鼻剂(本院自制);甲醇(色谱纯);磷酸二氢钠为分析纯。

2 方法与结果

2.1 检测波长的确定

分别配制一定浓度的盐酸西替利嗪和盐酸麻黄素对照品溶液,以水为空白,分别在 200 ~ 300nm 波长范围扫描。结果盐酸西替利嗪在 230nm 波长处有最大吸收,盐酸麻黄素在 257nm 波长处有最大吸收,故选择该两个波长为测定波长。

2.2 色谱条件

色谱柱 Kromasil C₁₈(4.6mm × 150mm, 5μm);流动相:甲醇-0.01 mol·L⁻¹磷酸二氢钠(60:40);流速 1 mL·min⁻¹;柱温:室温;检测波长:257, 230nm (0 ~ 3min: 257nm; 3 ~ 15min: 230nm);灵敏度:0.02 AUFS;进样 20μL。在此色谱条件下所得色谱图,盐酸麻黄素与盐酸西替利嗪色谱峰没有重叠,分离效果很好,且基质对测定无干扰。其保留时间分别为:盐酸麻黄素 1.60min,盐酸西替利嗪 9.95min。

2.3 线性关系考察

分别取盐酸西替利嗪和盐酸麻黄素标准品各约 0.2g,精密称定,置 100 mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 置 25 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,在上述液相色谱条件下,进样 20μL。分别以浓度为纵坐标,峰面积为横坐标,得各组分的回归方程,盐酸麻黄素为 $c = 88.2419x - 0.2477$, $r = 0.9999$;盐酸西替利嗪为 $c = 2.0264x + 0.2920$, $r = 0.9999$ 。说明盐酸西替利嗪和盐酸麻黄素在 40 ~ 400μg 浓度内均呈良好线性关系。

2.4 回收率试验

分别取盐酸西替利嗪和盐酸麻黄素标准品各约 0.2g,精密称定,置 100 mL 量瓶中,按处方配比加入空白分散介质,

并用流动相溶解稀释至刻度,摇匀,精密吸取 0.5, 3.0, 5.0 mL 置 25 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,进样 20μL。按外标法计算各组分的回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验($n = 3$)

Tab 1 Test of recovery rate ($n = 3$)

药名	加入量 (μg/ mL)	测得量 (μg/ mL)	回收率 (%)	平均 (%)	RSD (%)
麻黄素	40.72	40.70	99.95	101.12	1.02
	244.32	248.96	101.90		
	407.20	413.35	101.51		
西替利嗪	40.04	39.34	98.25	99.56	1.13
	240.24	240.86	100.26		
	400.40	401.08	100.17		

2.5 精密度试验

取回收率试验项下的高、中、低三个浓度的供试品溶液,分别进样,每个样品连续进样 7 次,每次 20μL,结果麻黄素和西替利嗪的峰面积值基本不变, RSD 分别为 0.77 %, 0.87 %, 1.34 % 和 1.62 %, 0.41 %, 0.36 %。

2.6 稳定性试验

取回收率项下的样品溶液,每隔 1h 测定 1 次,供考察 8h,结果表明,在 8h 之内,其峰面积值基本不变,稳定性良好。

2.7 干扰因素试验

按处方比例配制除主药成分外的空白分散介质样品,按含量测定项下样品处理方法处理后测定。结果表明辅料不干扰测定。

2.8 样品测定

按处方配制 6 批样品,精密吸取 1 mL,置 50 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。进样 20μL。按外标法计算样品的含量,结果见表 2。

表 2 样品测定结果($n = 3$)

Tab 2 Results of sample determination ($n = 3$)

编号	西替利嗪		麻黄素	
	相当标示量(%)	RSD(%)	相当标示量(%)	RSD(%)
1	98.26	1.10	95.32	0.96
2	98.96		95.49	
3	97.24		96.01	
4	97.58	1.10	96.23	0.96
5	99.97		97.86	
6	99.52		96.68	

3 讨论

3.1 盐酸麻黄素和盐酸西替利嗪的最大吸收波长不同,在实验中我们试图用同一波长进行测定,但由于该两组分在同一浓度下的吸收度相差很大,因此为了提高含量测定的精确度,我们采用更换波长的方法同时测定这两种药物,结果表明该方法具有一定的专属性、简便可行。

3.2 用 HPLC 测定西替利嗪与麻黄素已有报道^[1~4],但均为单一成分或与其他药物一起同时测定,尚未见同时测定该两种物质的报道。我们根据文献报道,并结合试验发现甲醇-0.01 mol/L 磷酸二氢钠(60:40),对西替利嗪与麻黄素均能较好地洗脱,并有较好的分离度。

3.3 为使盐酸麻黄素和盐酸西替利嗪的出峰时间达到更好的效果,我们多次调整流动相的比例,但当减小甲醇的比例时盐酸西替利嗪的出峰时间明显后移,而盐酸麻黄素的出峰时间变化不大。因此,为缩短测定时间,我们确定用甲醇-0.01 mol/L 磷酸二氢钠(60:40)的流动相做为测定用流动相,结果满意。

致谢:感谢天津医科大学实验中心董伟林老师对本实验的指

导和帮助。

参考文献

- [1] 林洁.高效液相色谱法同时测定滴鼻剂中盐酸麻黄素和氢化可的松的含量[J].中国医院药学杂志,2002,22(8):474.
- [2] 罗明珠,曹洪沛,张立群.HPLC 法测定小儿咳喘贴中麻黄碱的含量[J].中国药师,2002,5(9):544.
- [3] 闻京伟,冯明霞,曾芳.HPLC 法测定盐酸西替利嗪胶囊的含量和溶出度[J].药物分析杂志,2001,21(3):165.
- [4] Paw B, Misztal G, Hopkala J, *et al.* DROZO. Development and validation of a HPLC method for the determination of cetirizine in pharmaceutical dosage forms[J]. Pharmazie,2002,57(5):313.

收稿日期:2003-07-10