

高效液相色谱法测定复方氯麻滴鼻液中三组分的含量

沈鸿¹, 顾金林² (1. 嘉兴市第一医院, 浙江 嘉兴 314000; 2. 嘉兴市药品检验所, 浙江 嘉兴 314001)

摘要:目的 建立高效液相色谱法测定复方氯麻滴鼻液含量的方法。方法 采用反相高效液相色谱法,以 C_{18} 为固定相,甲醇- $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 醋酸铵溶液 (磷酸调 pH 4.0) (50: 50) 为流动相,检测波长 256 nm。结果 氯霉素、盐酸麻黄碱和地塞米松磷酸钠的线性范围分别为: $12.5 \sim 125 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r=0.9994$), $50 \sim 500 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r=0.9991$), $2.5 \sim 25 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r=0.9990$)。平均加样回收率分别为 99.9% (RSD = 1.5%)、100.3% (RSD = 0.7%)、98.7% (RSD = 0.9%)。结论 该方法简便、准确,适用于复方氯麻滴鼻液的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 氯霉素; 盐酸麻黄碱; 地塞米松磷酸钠

中图分类号: R917.7.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2005)02-0161-03

Determination of 3 components of compound chloramphenicol and ephedrine hydrochloride nasal drops by HPLC

SHEN Hong, GU Jin-lin (The First Hospital of Jiaxing, Jiaxing 314000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for determining the content of chloramphenicol, ephedrine hydrochloride and dexamethasone sodium phosphate in its nasal drops by HPLC. **METHOD** A Hypersil ODS C_{18} column was used as stationary phase and methanol-0.1 mol·L⁻¹ ammonium acetate solution (adjusted pH to 4.0 with phosphoric acid) (50:50) as mobile phase, the detection wavelength was 256nm. **RESULTS** The linear ranges of chloramphenicol, ephedrine hydrochloride and dexamethasone sodium phosphate were 12.5~125 μ g·mL⁻¹ ($r=0.9994$), 50~500 μ g·mL⁻¹ ($r=0.9991$) and 2.5~25 μ g·mL⁻¹ ($r=0.9990$), respectively. The average recoveries were 99.9% (RSD=1.5%), 100.3% (RSD=0.7%) and 98.7% (RSD=0.9%). **CONCLUSION** This method is found to be simple, accurate, and be suitable for the quality control of the preparation.

KEY WORDS: HPLC; chloramphenicol; ephedrine hydrochloride; dexamethasone sodium phosphate

复方氯麻滴鼻液是由氯霉素、盐酸麻黄碱和地塞米松磷酸钠组成的复方制剂(每100mL中含上述成分分别为0.25g、1g和0.05g)。具有抗菌消炎与收缩血管作用,用于鼻炎、鼻窦炎和感冒引起的鼻塞等症的治疗。其所含的三种组分均可用HPLC法测定含量^[1-4]。但同时测定三组分含量未见报道。本实验在对多种色谱系统进行筛选的基础上,建立同时分离测定复方氯麻滴鼻液中三组分含量的方法,可用于制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

LC-10AVP液相色谱仪,SPD-10A紫外检测器(岛津制作所);HS色谱数据工作站(杭州英谱科技开发有限公司)。氯霉素标准品、盐酸麻黄碱对照品和地塞米松磷酸钠对照品(中国药品生物制品检定所);复方氯麻滴鼻液(嘉兴市第一医院制剂室);甲醇(色谱纯);其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

Hypersil ODS C_{18} 柱(4.6mm×250mm,5 μ m);流动相:甲醇-0.1mol·L⁻¹醋酸铵溶液(磷酸调pH 4.0)(50:50),流速:1.0mL·min⁻¹;检测波长:256nm。

2.2 溶液的制备

2.2.1 标准品、对照品溶液的制备 精密称取氯霉素标准品、盐酸麻黄碱对照品和地塞米松磷酸钠对照品适量,加水制成浓度分别约为250,1000,50 μ g·mL⁻¹的溶液,作为贮备液。精密量取2mL,置10mL量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密量取供试品5mL,置50mL量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。精密量取2mL,置10mL量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 空白溶液的制备 按处方比例制成不含氯霉素、盐酸麻黄碱和地塞米松磷酸钠组分的空白样品。并按“2.2.2”项下方法制成空白溶液。

2.3 系统适用性试验

分别取对照品溶液、供试品溶液和空白溶液各10 μ L,注入液相色谱仪,色谱图见图1。氯霉素、盐酸麻黄碱和地塞米松磷酸钠组分的理论塔板数分别为3140,2265,4311;各组分之间的分离度均大于2;空白液色谱图中与三被测组分相同的保留时间处无其它杂质峰。

2.4 线性关系考察

分别量取对照品贮备液0.5,1.0,2.0,3.0,5.0mL分置

10mL量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀。取10 μ L进样分析。以对照品溶液的浓度 $C(\mu$ g·mL⁻¹)对峰面积 $A(\mu$ V·s)进行线性回归处理,得回归方程分别为:

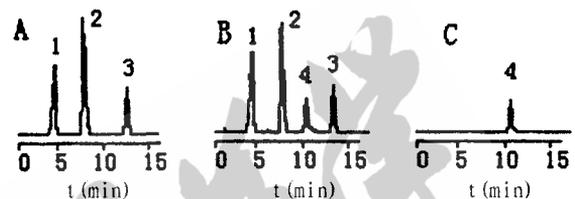


图1 HPLC色谱图

Fig 1 The HPLC chromatograms

A. 对照品; B. 样品; C. 空白样品; 1. 盐酸麻黄碱; 2. 氯霉素; 3. 地塞米松磷酸钠; 4. 羟苯乙酯

A. reference; B. sample; C. blank sample; 1. ephedrine hydrochloride; 2. chloramphenicol; 3. dexamethasone sodium phosphate; 4. ethylparaben

氯霉素: $A=1.055 \times 10^6 C + 20899$, $r=0.9994$ 。线性范围为:12.5~125 μ g·mL⁻¹。

盐酸麻黄碱: $A=6.378 \times 10^4 C - 3157$, $r=0.9991$ 。线性范围为:50~500 μ g·mL⁻¹。

地塞米松磷酸钠: $A=2.769 \times 10^6 C - 1696$, $r=0.9990$ 。线性范围为:2.5~25 μ g·mL⁻¹。

2.5 精密度和重复性试验

取同一批供试品液连续进样5次,结果三被测组分峰面积的RSD分别为1.1%,0.7%,1.3%。对同一批供试品平行测定6次,测得三组分含量分别为2.33,10.42,0.427mg·mL⁻¹;RSD分别为1.3%,0.8%,1.8%。

2.6 样品测定

取对照品溶液与供试品溶液各10 μ L,进样分析测定,按峰面积外标法计算,结果见表1。

表1 样品含量测定结果($n=6$)

Tab 1 Results of content determination of sample ($n=6$)

批号	氯霉素 (mg·mL ⁻¹)	盐酸麻黄碱 (mg·mL ⁻¹)	地塞米松磷酸钠 (mg·mL ⁻¹)
20030512	2.33 ± 0.030	10.42 ± 0.082	0.427 ± 0.008
20030625	2.08 ± 0.019	9.66 ± 0.065	0.398 ± 0.004
20030804	2.11 ± 0.028	9.80 ± 0.054	0.405 ± 0.006
20030919	2.25 ± 0.022	9.81 ± 0.066	0.416 ± 0.006

2.7 回收率试验

精密量取已知含量的供试品溶液1mL,置50mL量瓶中,精密加入对照品贮备液适量,加水稀释至刻度,摇匀。取2mL,置10mL量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,按2.6项

下的方法分析测定,结果见表 2。

表 2 加样回收试验结果 ($n=3$)

Tab 2 Results of recovery tests ($n=3$)

组分	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
氯霉素	2.08	2.48	4.60	101.6
	2.08	2.97	5.01	98.7
	2.08	3.72	5.78	99.5
盐酸麻黄碱	9.66	9.76	19.36	99.4
	9.66	11.71	21.43	100.5
	9.66	14.64	24.40	100.7
地塞米松磷酸钠	0.398	0.483	0.874	98.6
	0.398	0.580	0.966	97.9
	0.398	0.724	1.119	99.6

3 讨论

3.1 流动相的选择

曾试验在流动相中加入少量的乙腈,可改善氯霉素峰的柱效,但地塞米松磷酸钠与防腐剂羟苯乙酯的出峰时间均延长。且两者的分离度仅为 1.1,达不到要求。流动相 pH 值也有影响,当 pH 值高于 5 时,盐酸麻黄碱的保留时间延长,且峰形不好,理论塔板数下降到 800 以下。而当 pH 值低于 3.4 时,所有峰的保留时间均变短,各组分之间的分离度达不

到要求。

3.2 测定波长的选择

在所选择的溶剂下,氯霉素、盐酸麻黄碱和地塞米松磷酸钠的最大吸收波长分别为 278, 256, 240nm。虽盐酸麻黄碱含量较高,但吸收强度较弱(百分吸收系数仅为 10 左右)。为提高测定灵敏度,选择盐酸麻黄碱的最大吸收峰位置为测定波长。

参考文献

- [1] 张润婕,王亚南,贺吉川. RP-HPLC法同时测定氯地滴眼液中氯霉素与地塞米松磷酸钠的含量[J]. 解放军药学学报, 2002, 18(3): 160.
- [2] 张丽梅,王卓,徐慧欣,等. 高效液相色谱法同时测定氯霉素地塞米松滴眼液两组分的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2002, 22(6): 334.
- [3] 李小燕. 高效液相色谱法测定氯麻滴鼻液中二组分含量[J]. 药物分析杂志, 2002, 22(5): 404.
- [4] 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.

收稿日期: 2003-12-22