

# 高效液相色谱法测定复方氟罗沙星滴鼻液中氟罗沙星及盐酸麻黄碱的含量

黄北雄(广西贺州地区药品检验所,广西 梧州 543001)

**摘要:**目的 采用高效液相色谱法分离测定复方氟罗沙星滴鼻液中的氟罗沙星及盐酸麻黄碱。方法 固定相为 Kromasil C<sub>18</sub> (5 $\mu$ m, 4.9 mm  $\times$  250 mm) HPLC 柱;流动相为 0.05 mol/L 枸橼酸-甲醇(82:18,用三乙胺调节 pH 值至 4.0);流速为 1.0 mL/min,检测波长为 256 nm。结果 氟罗沙星的平均回收率为 100.03%,RSD=0.22%,盐酸麻黄碱的平均回收率为 100.12%,RSD=0.39%。结论 该法简便、快速、灵敏;结果稳定,重现性好。

**关键词:**氟罗沙星;盐酸麻黄碱;高效液相色谱法

中图分类号:R917.7;R927.2

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2003)05-0399-02

## Determination of fleroxacin and ephedrine hydrochloride in compound fleroxacin nasal drops by HPLC

HUANG Bei xiong(Hezhou Prefectural Institute for Drug Controls Wuzhou 543001, China)

**ABSTRACT:OBJECTIVE** To establish a HPLC method to determine fleroxacin and ephedrine hydrochloride in Lima Nasal drops.

**METHOD** Using a kromasil C<sub>18</sub>(5 $\mu$ m, 4.9 mm  $\times$  250 mm), with the mobile phase of 0.05 mol/L citric acid-methanol(82:18, adjust pH 4.0 with triethylamine), at a flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was 256 nm. **RESULTS** The average recoveries of the two constituents were (100.03  $\pm$  0.22) % and (100.12  $\pm$  0.39) %, respectively. **CONCLUSION** The method is simple, rapid, sensitive, stable and repeatability.

**KEY WORDS:** fleroxacin; ephedrine hydrochloride; HPLC

复方氟罗沙星滴鼻液为广西桂东人民医院新近研制的制剂,处方:每 1000 mL 含氟罗沙星 3g,盐酸麻黄碱 10g,氯化钠 5.8g,羟苯乙酯 0.3g,乳酸适量。目前尚无含量测定方法,关于制剂中氟罗沙星<sup>[1,2]</sup>及盐酸麻黄碱<sup>[3,4]</sup>的测定方法文献报道很多。本实验采用高效液相色谱法同时测定复方氟罗沙星滴鼻液中氟罗沙星及盐酸麻黄碱的含量,方法简便、快速,结果满意。现介绍如下:

### 1 仪器、试剂与样品

LC-6A 高效液相色谱仪(日本岛津);氟罗沙星对照品(台州市精细化工有限公司提供,含量 99.8%);盐酸麻黄碱(山西大同制药厂批号 990721);辅料均为药用规格;复方氟罗沙星滴鼻液(广西桂东人民医院制剂室);实验试剂均为分析纯。

### 2 实验方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱为 Kromasil C<sub>18</sub>(5 $\mu$ m, 4.9 mm  $\times$  250 mm);流动相为 0.05 mol/L 枸橼酸-甲醇(82:18,用三乙胺调节 pH 值至 4.0);流速为 1.0 mL/min;检测波长为 256 nm;进样量为 20 $\mu$ L。

#### 2.2 线性关系考察

精密称取氟罗沙星对照品适量,滴加乳酸少许(约 0.5 mL)使溶解,并加流动相稀释成浓度为 60,72,84,96,108,120 $\mu$ g/mL 的溶液。进样 20 $\mu$ L 记录色谱图,以峰面积 A 对进样浓度 C( $\mu$ g/mL)进行线性回归。得回归方程为  $A = 1273.41C - 872$ ,  $r = 0.9999$  ( $n = 6$ );表明氟罗沙星在 60 ~ 120 $\mu$ g/mL 内呈良好的线性关系。

精密称取盐酸麻黄碱适量,加流动相稀释成浓度为 200,240,280,320,360,400 $\mu$ g/mL 的溶液。进样 20 $\mu$ L 记录色谱图,以峰面积 A 对进样浓度 C( $\mu$ g/mL)进行线性回归。得回归方程为  $A = 45.425C + 796$ ,  $r = 0.9997$  ( $n = 6$ )。表明盐酸麻黄碱在 200 ~ 400 $\mu$ g/mL 浓度范围内呈良好的线性关系。

作者简介:黄北雄,男,35岁。1991年毕业于广西桂林医学院药理学系药学专业,理学学士,主管药师,主要从事药品检验及质量分析工作。

### 2.3 精密度试验

取同一份供试品溶液多次进样,结果氟罗沙星和盐酸麻黄碱峰面积的 RSD( $n=5$ )分别为 0.15%和 0.24%,表明本法的精密度较好。

### 2.4 稳定性试验

取同一供试品溶液,每隔 2h 进样一次,测峰面积,共 5 次,结果氟罗沙星和盐酸麻黄碱峰面积的 RSD 分别为 0.37%和 0.33%,表明供试品溶液较稳定。

### 2.5 重现性试验

取同一批号样品,按本法测定 5 次,结果氟罗沙星和盐酸麻黄碱面积的 RSD 分别为 0.37%和 0.24%。

### 2.6 回收率试验

按处方比例配制含氟罗沙星、盐酸麻黄碱分别为标示量的 80%、100%、120% 的模拟制剂 9 份,分别按本法测定,结果氟罗沙星和盐酸麻黄碱的平均回收率分别为 100.03%和 100.12%,RSD 分别为 0.22%和 0.39%。

### 2.7 样品测定

精密吸取复方氟罗沙星滴鼻液 3 mL,置 100 mL 量瓶中加入流动相稀释至刻度,摇匀,制成供试品溶液。另精密称取对照品氟罗沙星 45 mg 和盐酸麻黄碱 150 mg,置 100 mL 量瓶中加入乳酸少许使溶解并加流动相稀释至刻度,摇匀,精密吸取 10 mL,置 50 mL 量瓶中加入流动相稀释至刻度,摇匀,制成对照品溶液。分别取供试品溶液和对照品溶液各 20  $\mu$ L 进样,测得峰面积,以外标法计算含量。结果见表 1。

表 1 样品测定结果( $n=5$ )

Tab 1 The results of sample determination( $n=5$ )

批号	氟罗沙星		盐酸麻黄碱	
	标示量 %	RSD %	标示量 %	RSD %
020221	99.25	0.28	99.81	0.15
020422	100.35	0.21	99.35	0.30
020604	100.21	0.37	99.97	0.24

## 3 讨论

### 3.1 溶剂的选择

氟罗沙星在水溶液中极微溶解而在乳酸或冰醋酸中极易溶解,而本品处方中也含有少量乳酸,因此氟罗沙星对照品均先滴加少许乳酸使溶解,再加流动相稀释。

### 3.2 流动相的选择

氟罗沙星极性较强,用枸橼酸、甲醇组分为流动相时,在  $C_{18}$  柱上强烈吸附,易造成峰形拖尾,故加入三乙胺改善峰形。

### 3.3 流动相的 pH 对色谱行为的影响

随着 pH 升高,盐酸麻黄碱峰的保留时间增长,pH 降低,经相反;通过实验确定流动相的 pH 为 4.0 时,氟罗沙星和盐酸麻黄碱两峰分离效果最好,其分离度为 3.8。

### 3.4 波长的选择

氟罗沙星在 254 nm 有最大吸收<sup>[2]</sup>,盐酸麻黄碱则在 256 nm 有最大吸收<sup>[3]</sup>,虽然处方中盐酸麻黄碱的含量较多,但考虑到其吸收系数较小,而氟罗沙星在 254 nm 的吸收与 256 nm 相差不大,故选择测定波长为 256 nm。

3.5 由色谱图可证明,氟罗沙星和盐酸麻黄碱两峰分离度好,流动相简便,重现性好,可用于该制剂的质量控制。

## 参考文献

- [1] 张西茹,姜建国,赫晓军.氟罗沙星注射液含量的 HPLC 和 UV 测定[J].中国医药工业杂志,1999,30(1):32.
- [2] 王景翔,王计奎.氟罗沙星及其片剂的 HPLC 测定[J].中国医药工业杂志,1999,30(5):226.
- [3] 谭瑞威,李坚,李兵.RP-HPLC 法测定盐酸麻黄碱糖浆的含量[J].广东药学,2000,10(5):20.
- [4] 赵玉兰,廖杰,孙荣新.高效液相色谱法测定鼻炎灵喷雾剂中马来酸氯苯那敏、盐酸麻黄碱、乳酸环丙沙星的含量[J].中国药学杂志,2001,36(7):472.