

# 高效液相色谱法 测定复方苯巴比妥溴化钠片中苯巴比妥含量\*

赵磊<sup>1</sup> 刘嘉乐<sup>1</sup> 李岩<sup>2</sup> 孙艳涛<sup>3 4 5</sup>

(1. 吉林省四平市食品药品检验所, 136000; 2. 吉林省神经精神病医院, 四平 136000; 3. 吉林师范大学化学学院, 四平 136000; 4. 江苏大学化学化工学院, 镇江 212013; 5. 吉林师范大学环境友好材料制备与应用省部共建教育部重点实验室, 四平 136000)

**[摘要]** 目的 建立测定复方苯巴比妥溴化钠片中苯巴比妥含量的高相液相色谱 (high performance liquid chromatography, HPLC) 法。方法 采用 HPLC 法, 用辛烷基硅烷键和硅胶为填充剂, 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈-水 (30:70), 检测波长: 220 nm; 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 进样量 10 μL。结果 苯巴比妥在 0.852 5~85.250 0 μg·mL<sup>-1</sup> 范围内线性关系良好 ( $r=0.999\ 8$ ), 平均加样回收率 100.06%, 相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD) 为 0.8% ( $n=5$ )。结论 该方法简便快捷, 准确, 重复性好, 灵敏度高, 可用于建立复方苯巴比妥溴化钠片的定量质量标准。

**[关键词]** 苯巴比妥溴化钠, 复方, 苯巴比妥, 色谱法, 高效液相, 含量测定

**[中图分类号]** R286; R927.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1004-0781(2011)11-1506-02

复方苯巴比妥溴化钠片由苯巴比妥、丹参、缬草流浸膏、樟脑、溴化钠、黄花败酱、珍珠母、冰片等 8 味药组成<sup>[1-2]</sup>, 收载于《国家药品监督管理局国家药品标准化学药品地方标准上升国家标准》(第十二册), 常用于癫痫与神经官能症等。目前对该复方中苯巴比妥采用液相色谱含量<sup>[3]</sup>测定, 笔者在本实验中建立了一种高效液相色谱 (high performance liquid chromatography, HPLC) 法, 采用辛烷基硅烷键和硅胶为填充剂色谱柱, 测定苯巴比妥<sup>[4]</sup>的含量, 该方法简便、快捷, 为完善复方苯巴比妥溴化钠片质量控制标准提供依据。

## 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** 高效液相色谱仪: SHIMADZU 2010AHT, Solution 色谱软件系统。

**1.2 试剂** 苯巴比妥对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 1222-9602), 苯巴比妥溴化钠片 (吉林省神经精神病医院制药厂提供, 批号: 20110112, 20100902, 20100703, 标示量均为含苯巴比妥 30 mg); 乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

**[收稿日期]** 2011-03-10 **[修回日期]** 2011-04-07

**[基金项目]** \* 吉林省教育厅“十二五”科学技术项目 (基金编号: 2011189); 吉林师范大学硕、博启动资金项目 (基金编号: 2005089)

**[作者简介]** 赵磊 (1982-), 男, 吉林四平人, 主管药师, 硕士, 从事药品检验及药品质量标准研究工作。电话: 0434-3256857, E-mail: www.zhaolei0433@sina.com。

**[通讯作者]** 孙艳涛, 女, 吉林辽源人, 讲师, 博士, 研究方向: 光谱分析和色谱分析。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Phenomenex Luna C<sub>8</sub>(2) 100A (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (30:70); 进样量: 10 μL; 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 检测器: 紫外; 检测波长: 220 nm; 理论板数按苯巴比妥计算不低于 2 000。苯巴比妥峰与相邻峰之间的分离度 > 1.5, 分离度良好。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取苯巴比妥对照品 15 mg, 置于 25 mL 量瓶, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1 mL, 置于 10 mL 量瓶, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得每毫升含苯巴比妥 60 μg 的溶液。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量 (相当于苯巴比妥 30 mg), 置 50 mL 量瓶, 加流动相适量, 超声处理 30 min (超声清洗仪功率 55 kW)<sup>[5]</sup>, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 1 mL, 置于 10 mL 量瓶, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.4 空白对照溶液的制备** 以相同的处方比例, 制得不含苯巴比妥的空白样品, 按供试品溶液的制备方法制成空白对照溶液。

**2.5 空白干扰实验** 分别精密吸取苯巴比妥对照品溶液、供试品溶液及空白对照溶液各 10 μL, 注入高效液相色谱仪, 结果证明空白对照无干扰。

**2.6 线性关系考察** 取浓度为 85.25 μg·mL<sup>-1</sup> 苯巴比妥对照品溶液, 吸取 0.1, 0.5, 2.5, 5.0 和 10.0 mL, 分别置于 10 mL 量瓶, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 10 μL 注入液相色谱仪, 以浓度为横坐标,

峰面积为纵坐标作图,得回归方程为  $Y = 260.35 + 467.4X$   $r = 0.9998$ 。结果表明苯巴比妥在  $0.8525 \sim 85.2500 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  范围内具有良好的线性关系。

**2.7 稳定性实验** 取样品 1 份(约 0.45 g),精密称定,按“供试品溶液的制备”项下方法依法制备<sup>[6]</sup>,按上述色谱条件每隔 3 h 进行测定,共计进样 5 次,测定其稳定性。统计结果表明,峰面积的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 0.9%,表明样品溶液在 12 h 内稳定。

**2.8 精密度实验** 精密吸取对照品溶液,连续进样 5 次,测定其峰面积,其 RSD 为 0.31% ( $n=5$ )。结果表明精密度良好。

**2.9 重复性实验** 取同一批号的样品(批号:20110112) 5 份,每份约 0.45 g,精密称定,按“供试品溶液的制备”项下方法依法制备,按上述色谱条件测定,每份连续进样 2 次。5 份样品的 RSD 为 0.7%,结果表明重复性良好。

**2.10 加样回收率实验** 精密称定已知含量的样品(批号:20110112) 5 份,每份约 0.225 g,分别精密加入浓度为  $15.01 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  苯巴比妥对照品溶液 1 mL,按样品方法制备及测定,计算回收率(表 1),平均回收率为 100.06%,RSD 为 0.8% ( $n=5$ )。结果表明,本法具有良好的加样回收率。

**2.11 样品含量测定** 按上述色谱条件对 3 个批号样品中苯巴比妥的含量进行测定,结果批号为 20110112、20100902、20100703 的苯巴比妥含量分别为标示量的 100.3%、101.2%、101.8%。

表 1 苯巴比妥加样回收率实验结果

样品量/ g	样品中含苯 巴比妥量	加入 对照品	实测 总量	回收量	回收率/ %
0.2263	15.21	15.01	30.23	15.02	100.07
0.2255	15.15	15.01	30.19	15.04	100.20
0.2258	15.16	15.01	30.17	15.01	100.00
0.2261	15.20	15.01	30.22	15.02	100.07
0.2263	15.23	15.01	30.24	15.01	100.00

### 3 讨论

**3.1 流动相的选择** 笔者考察了几种流动相,有甲醇-水、乙腈-水等,结果乙腈-水体系分离效果好。故采用乙腈-水体系。

**3.2 色谱柱的选择** 采用同等长度和内径的辛烷基硅烷键和硅胶为填充剂色谱柱和 ODS 柱,通过实验比对发现,辛烷基硅烷键和硅胶为填充剂色谱柱优于 ODS 柱。

[DOI] 10.3870/yydb.2011.11.039

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部) [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 433.
- [2] 国家药品监督管理局. 国家药品标准化学药品地方标准上升国家标准(第十册) [S]. 2002: 12-168.
- [3] 谢华, 贾正平. 高效毛细管电泳法测定苯巴比妥片中苯巴比妥的含量 [J]. 医药导报, 2008, 27(12): 1500-1501.
- [4] 沈建幸, 陈均良. 苯巴比妥和苯妥英钠及卡马西平血药浓度测定 [J]. 医药导报, 2004, 23(4): 264-265.
- [5] 梁悦, 茹鑫, 汪子明, 等. 超声雾化提取-气相色谱-质谱法分析逍遥丸中的挥发性成分 [J]. 分析化学, 2009, 37(2): 201.
- [6] 赵昕, 杨琳, 张鹏, 等. 不同厂家苯妥英钠片的溶出度考察 [J]. 中国药师, 2009, 12(9): 1232-1235.

## 甘草酸二铵肠溶胶囊的制备与质量控制

吴云珍, 宋旭莹, 陆纪宏

(浙江金华康恩贝生物制药有限公司, 321016)

**[摘要]** 目的 探讨甘草酸二铵肠溶胶囊的制备与质量控制方法。方法 采用挤出滚圆法制备微丸,进行流化床包衣,并采用正交实验法进行处方筛选,以溶出度、耐酸力等指标进行质量研究。结果 高效液相色谱法测定耐酸力和缓冲液中释放度,在  $10 \sim 500 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  浓度范围内,甘草酸二铵线性方程  $Y = 0.305X + 170.69$ ,  $R^2 = 0.9994$ 。样品耐酸力和缓冲液中释放度均达到质量要求。最终确定了甘草酸二铵肠溶胶囊的处方和工艺,产品释放符合要求。结论 采用该处方和工艺能生产出合格产品。

**[关键词]** 甘草酸二铵; 胶囊; 肠溶; 制剂工艺

**[中图分类号]** R286; TQ460.1

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 1004-0781(2011)11-1507-03

甘草酸二铵是从甘草中提取的  $\alpha$  体甘草次酸衍生物,具有抗炎、抗变态反应、抗病毒、保护细胞膜结

构、调节免疫、改善肝功能等多种作用。甘草酸二铵属于弱酸性化合物,微溶于水,且水溶液不稳定,在酸性