

# 马来酸氯苯那敏片含量测定的改进

冉华康<sup>1</sup>, 尹小玲<sup>2</sup>, 张伏军<sup>2</sup> (1. 重庆市万州药品检验所, 重庆 万州 404000; 2. 重庆市三峡中心医院, 重庆 万州 404000)

**摘要** 目的: 建立马来酸氯苯那敏片的含量测定方法。方法: 色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub>柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为庚烷磺酸钠溶液 (庚烷磺酸钠 15.2 mg 加三乙胺 0.8 mL, 加水 800 mL, 用冰醋酸调 pH 至 3.3, 加水至 1 000 mL)-甲醇-乙腈 (35:41:24)。检测波长为 262 nm, 流速为 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 结果: 马来酸氯苯那敏线性范围为 0.032~0.16 g · L<sup>-1</sup> (r=0.9993), 平均回收率为 99.5%, RSD 为 0.6% (n=6)。结论: 方法可靠、简便、重复性好, 可用于该制剂的质量控制。

**关键词:** 马来酸氯苯那敏; HPLC

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2010)-2-140-2

## The Improvement of Content Determination for Chlorphenamine maleate Tablets

Ran Hua-kang<sup>1</sup>, Yin Xiao-ling<sup>2</sup>, Zhang Fu-jun<sup>2</sup> (1. Wanzhou Institute for Drug Control of Chongqing, Wanzhou 404000; 2. Sanxia Central Hospital of Chongqing, Wanzhou 404000)

《中国药典》2005年版二部<sup>[1]</sup>收载的马来酸氯苯那敏及制剂含量测定方法分别为高氯酸滴定和紫外分光光度法, 过程烦琐, 影响因素较多, 特别是紫外分光光度法测定时重现性极差, 从而影响测定结果, 本文用 HPLC 法测定含量, 较好地解决了这个问题。建立了 HPLC 法测定马来酸氯苯那敏片含量的方法。

### 1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10ATVP 高效液相色谱仪, LC-10ATVP 泵, SPD-M10AVP 检测器, CTO-10ASVP 柱温箱, SIL-HTA 自动进样器, Class-VP 色谱工作站; Sartorius-ME215S 电子天平 (Max 210g, d=0.01 mg); 马来酸氯苯那敏对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 100047-200305), 马来酸氯苯那敏片 (市场市售药品 3 批, 编号 ①②③)。水为重蒸馏水; 甲醇、乙腈为色谱纯, 其余试剂为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C<sub>18</sub>柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 庚烷磺酸钠溶液 (庚烷磺酸钠 15.2 mg 加三乙胺 0.8 mL, 加水 800 mL, 用冰醋酸调 pH 至 3.3, 加水至 1 000 mL)-甲醇-乙腈 (35:41:24); 流速: 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 检测波长: 262 nm; 进样量: 20 μL。理论塔板数按马来酸氯苯那敏峰计算不低于 3 000

#### 2.2 对照品溶液制备

精密称取 105℃干燥至恒重的马来酸氯苯那敏对照品约 20 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加流动相溶解并

稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备溶液。精密取贮备液 5 mL, 置 50 mL 量瓶中加流动相并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

#### 2.3 供试品溶液制备

取样品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取约相当于马来酸氯苯那敏 5 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤, 滤液作为样品溶液。

#### 2.4 阴性供试品溶液的制备

按处方 (不含马来酸氯苯那敏) 制备样品, 按“2.3”项方法处理即得。

#### 2.5 系统适用性试验

分别取对照品溶液, 供试品溶液, 阴性供试品溶液各 20 μL, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 记录色谱图, 结果见图 1。在此条件下, 阴性样品对马来酸氯苯那敏的测定无干扰, 而且马来酸氯苯那敏可达到基线分离, 分离度 R>1.5。

#### 2.6 线性关系考察

精密吸“2.2”项下的对照品贮备溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL, 分别置 25 mL 量瓶中, 加流动相至刻度, 摇匀, 依次取 20 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 以峰面积积分值 (Y) 对马来酸氯苯那敏对照品量 (mg) (X) 进行线性回归, 回归方程为: Y=13 399.9X+36 763.8 r=0.9993, 表明马来酸氯苯那敏在 0.032~0.16 g · L<sup>-1</sup> 范围内线性关系良好。

#### 2.7 精密度试验

精密吸取对照品溶液 20 μL, 重复进样 6 次, 峰

面积积分值的 RSD 为 0.98%。

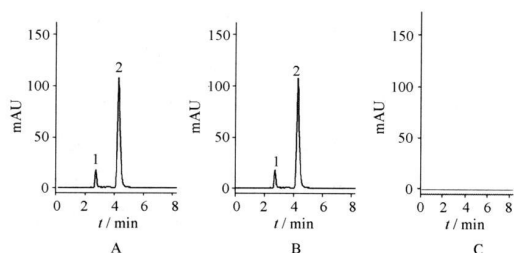


图 1 马来酸氯苯那敏 HPLC 图谱

A. 马来酸氯苯那敏对照品; B. 样品; C. 阴性样品

## 2.8 稳定性试验

取供试品溶液,按上述色谱条件,分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 进样 1 次,记录色谱峰面积, RSD 为 0.63%。表明供试品溶液在 8h 内稳定。

## 2.9 重复性试验

取同一批号样品,按供试品溶液的制备方法制备 6 份供试品溶液,分别测定,计算马来酸氯苯那敏片含量,其平均含量为标示量的 96.8%, RSD 为 0.63%。表明此方法精密度良好。

## 2.10 回收率试验

精密称取已知含量的样品 6 份,分别精密加“2.2”项下等量的对照品溶液,按“2.3”项下的方法处理,分别测定,计算回收率,平均回收率为 99.3%, RSD 为 0.6% ( $n=6$ )。

## 2.11 样品测定

分别取 3 批样品,按“2.3”项下的方法处理,分别进样,测量峰面积,每批同法测定 3 次,计算 3 批

样品中马来酸氯苯那敏的含量,与药典标准照紫外分光光度法在 264 nm 波长测定吸光度计算含量并比较,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果 ( $n=3$ ) (含量为标示百分含量)

序号	紫外法	液相色谱法
1	95.5	96.7
2	96.9	96.2
3	97.3	98.6

## 3 讨论

**3.1** 本方法采用流动相,先参照文献报道乙腈-水-三乙胺,发现峰形不是太好,后参照《国家药品标准》化学药品地方标准上升国家标准第十一册<sup>[2]</sup>改为本流动相体系,并根据平常工作经验适当加大甲醇的浓度,马来酸氯苯那敏峰形对称,分离完全,阴性样品无干扰。

**3.2** 马来酸氯苯那敏紫外分光光度法测定时重现性极差,这和马来酸氯苯那敏在溶液中呈解离状态有关,因而在液相图谱中出现马来酸和氯苯那敏两个峰<sup>[3]</sup>。

**3.3** 本方法处理简单,灵敏度高,且同一品种而方法不一,建议药典委员会采用统一的方法。

## 参考文献

- [1] 国家药典委员会.《中国药典》2005年版二部[S].北京:化学工业出版社,2005.
- [2] 国家药典委员会.《国家药品标准》.2002.
- [3] 南楠,等. HPLC 测定万辉化痰止咳露中磷酸可待因、盐酸麻黄碱、马来酸氯苯那敏的含量[J]. 药物分析杂志, 2001(1): 7.

# 盐酸小檗碱片含量测定的影响因素和改进方法

姜志红<sup>1</sup>, 庞晓星<sup>2</sup>, 寻延滨<sup>1</sup>, 姜连阁<sup>1</sup>, 白政忠<sup>1</sup> (1. 黑龙江省药品检验所, 哈尔滨 150001; 2. 黑龙江中医药大学, 哈尔滨 150040)

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2010)-2-141-3

## Influencing Factors and Improved Methods of Determination of Content in Berberin Hydrochloride

Lou Zhihong<sup>1</sup>, Pang Xiaoxing<sup>2</sup>, Xun Yanbin<sup>1</sup>, Jiang Liange<sup>1</sup>, Bai Zhengzhong<sup>1</sup> (1. Heilongjiang Institute for Drug Control Harbin 150001; 2. Heilongjiang University of Chinese Medicine, Harbin 150040)

作者简介: 姜志红, 女, 副主任药师。学科及研究方向: 药物分析。联系电话: 0451-87537611