

高效液相色谱法测定萘敏维滴眼液中盐酸萘甲唑林含量

★ 王国军 (江西珍视明药业有限责任公司 抚州 344000)

关键词: 高效液相色谱; 盐酸萘甲唑林; 含量测定

萘敏维滴眼液是我公司生产的产品, 主要用于缓解眼睛疲劳、结膜充血以及眼睛发痒等症状。规格为 10 ml: 盐酸萘甲唑林 0.2 mg、马来酸氯苯那敏 2 mg、维生素 B₁₂ 1 mg, 其中萘甲唑林为拟肾上腺素药, 具有收缩血管作用, 可缓解因过敏及炎症引起的眼充血症状, 因此, 控制好盐酸萘甲唑林的含量具有重要意义。

1 仪器与试剂

仪器: 日本岛津高效液相色谱仪, 紫外检测器。试剂: 乙腈(色谱纯), 磷酸(分析纯), 庚烷磺酸钠(分析纯), 盐酸萘甲唑林对照品(中检所提供)。

2 方法及结果

2.1 色谱条件及系统适用性试验 色谱柱: CN 柱, 大连依利特公司; 流动相: 0.01 mol/L 的庚烷磺酸钠溶液(用磷酸调 pH 至 3.8)-乙腈(44:56); 检测波长: 280 nm; 理论板数按盐酸萘甲唑林峰计算应不低于 2 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取盐酸萘甲唑林对照品 20 mg, 置 100 ml 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度(标准曲线试验中备用)。精密量取此溶 5 ml 至 50 ml 容量瓶中, 甲醇定容, 即得对照品溶液。

2.3 供试品溶液制备 取萘敏维滴眼液作为供试品溶液。

2.4 标准曲线绘制 精密吸取对照品溶液制备过程中的备用液分别配成 0.02、0.04、0.06、0.1、0.2 mg/ml 的溶液, 依次注入色谱仪中, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分值为纵坐标, 进样浓度为横坐标, 绘制标准曲线。计算回归方程为 $Y = 35\,921\,032X + 70\,903$, $r = 0.999\,9$; 结果表明, 盐酸萘甲唑林在 0.02~0.2 mg/ml 范围内, 峰其面积与浓度呈线性关系。

2.5 检测限 盐酸萘甲唑林对照品溶液经流动相不断稀释, 当信噪比 (S/N) ≥ 3 时, 最低检出量为 10.6 ng。

检测限 = $N \times 3/S \times C \times V = 468 \times 3/531 \times 2 \times$

$10^{-7} \times 0.02 = 1.06 \times 10^{-8}$

2.6 干扰试验 取空白样品(无主药盐酸萘甲唑林的辅料溶液)进针, 记录色谱图, 在盐酸萘甲唑林对照品峰的位置上无色谱峰出现, 因此其它成分及溶剂对本品含量测定无干扰。

2.7 回收率试验 以盐酸萘甲唑林为 20 mg 的处方称取各辅料, 再分别加入盐酸萘甲唑林对照品 16、20 和 24 mg, 每个浓度各三份, 混匀, 置 1 000 ml 量瓶中并按上述测定法取样测定, 计算平均回收率为 99.96%, RSD 为 0.53%。

2.8 精密度 精密称取同一批号(090201)样品, 共 6 份, 按上述色谱条件进样, 并按外标法以峰面积计算含量, RSD 为 0.48%, 说明本方法精密度好。

2.9 稳定性试验 取对照品溶液, 分别在 2、4、6、8、12、24 小时进行测定, 按峰面积计算, $RSD = 0.5\%$, 说明盐酸萘甲唑林溶液在 24 小时内稳定。

2.10 样品测试 取三批样品按上述测定法测定, 结果见表 1。参照国家食品药品监督管理局标准中含量测定的限度规定, 确定本品含盐酸萘甲唑林应为标示量的 90.0%~110.0%, 结果均符合规定。

表 1 样品测定结果

批号	090201	090202	090203
含量%	97.2%	95.25%	94.7%

3 结论

本试验采用高效液相色谱法测定萘敏维滴眼液中盐酸萘甲唑林的含量, 系统适用性较, 盐酸萘甲唑林 0.02~0.2 mg/ml 范围内, 峰其面积与浓度呈线性, 回收率良好, 精密度好, 在 24 小时内稳定, 三批样品测定结果均在合格, 本方法能作为控制本产品质量的一个标准, 可制定于质量标准中。

参考文献

- [1] 王小秋, 倪霜月. HPLC 测定盐酸萘甲唑林滴鼻液中盐酸萘甲唑林含量[J]. 浙江省医学科学院学报, 1999, 10(2): 30-32.
- [2] 张晓平, 刘桂敏. HPLC 法测定滴鼻液中盐酸萘甲唑林含量[J]. 药物分析杂志, 2000, 20(4): 277-278.