

表 1 皮乐宝的回收率

加入量 (μg)	测 出 量 (μg)			回收率 (%)	平均回收率 (%)
100	98.5	99.2	99.1	98.9	98.9
300	297	294	301	99.1	
500	496	435	450	98.7	
700	690	698	691	98.8	

表 2 皮乐宝洗剂中皮乐宝含量

样品编号	单次测定值 (%)					平均值 (%)	标示量 (%)	变异系数 (%)	测定次数
870001	5.10	5.03	5.05	5.08	5.10	5.08	5	0.42	5
870002	5.05	5.06	5.06	5.10	5.10	5.07	5	0.48	5

参 考 文 献

- (1) 新开发医药品便览, 261, 595(1980).
- (2) 新开发医药品便览, 261,432(1981).

- (3) 小黑义五郎等, 新药と临床, 23(5), 907, 919, 923, 927, 947(1974).
- (4) Betty Croshaw et al., J. Pharm. Pharmacol., 16, 127T(1964).
- (5) D.M. Bryce et al., J. Soc. Cosmet. Chem., 29, 3(1978).

(收稿日期: 1987年10月29日)

Rapid Determination of Bronopol in Bronopol Lotion by Ion-Pair Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography *Lian Hongzhen, Zhang Wenbin, Zheng Li, Li Li, Wu Xiaoxian, Cheng Renman and Mao Li, The Center of Materials Analysis, Nanjing University*

A method for the determination of bronopol in bronopol lotion has been developed. Without any pre-treatment, the lotion was injected into an ODS column directly. Using methanol and water containing ion pair reagent PICB-5 as mobile phase, bronopol was monitored with UV detector at 254nm. This method is simple and rapid. It is found that the recovery was 98.9% and the coefficient of variation was 0.4-0.5%.

高效液相色谱法(C₁₈柱)测定富马酸克敏停片的含量

王树力 石艳萍

(山东省医药工业研究所, 济南)

富马酸克敏停(Clemastine Fumarate)为一新型抗组胺药, 并为美国药典二十一版(1)收载, 其含量测定采用 HPLC 法, 柱填料为辛烷基键合硅胶。1981年, Gvebitz 等采用荧光衍生 HPLC 法测定富马酸克敏停的含量(2), 但用十八烷基键合硅胶柱分析富马酸克敏停片未见报道。本文采用国内较为普遍使用的十八烷基键合硅胶柱, 用 HPLC 法对富马酸克敏停片的含量进行了测定, 方法较简便, 具有流量低、灵敏度较高等优点。

实 验 部 分

(一) 仪器 Varian 5500型高效液相色谱仪, DS-600数据处理机。

(二) 试剂 甲醇、磷酸二氢钾、磷酸氢二钾均为分析纯。对照品及样品均为本所提供。

(三) 色谱条件 色谱柱: Micropak SP-C₁₈柱(150×4mm), 流量: 1.5ml/min, 柱温: 35℃, 进样量: 20μl定量环, 流动相: 甲醇/pH7.8磷酸缓冲液(93/7,V/V), 用UV-200可调波长紫外检测器

于波长 220nm 处测定, 衰减64, 纸速1cm/min。色谱图见图 1。

方法与结果

1. 富马酸克敏停的峰面积与浓度的线性关系

用 50% 甲醇水配制一系列不同浓度的富马酸克敏停溶液, 在本文前述的色谱条件下, 用DS-600数据处理机分别计算不同浓度的富马酸克敏停的峰面积, 结果见表 1。

对表 1 数据, 一元线性回归方程为 $Y=78.51 \cdot X+0.07$, 其中 Y 为峰面积, X 为富马酸克敏停样品浓度, $r=0.999$ 。



图 1 富马酸克敏停色谱图

峰1. 富马酸,
2. 克敏停碱。

表 1 峰面积和浓度的线性关系

富马酸克敏停 (mg/100ml)	20.60	17.51	14.42	11.33	8.24
峰 面 积 *($\mu V \cdot S \times 10^{-8}$)	1618	1373	1130	897	643

* 均为 5 次进样平均值, CV<1.5%

2. 回收率试验

(1) 对照品溶液的制备, 精密称取一定量富马酸克敏停对照品, 加50%甲醇水溶液制成0.14mg/ml 的溶液备用。

(2) 样品溶液制备: 称取富马酸克敏停对照约 7mg 精密称定, 并按处方比例加入辅料于 100ml 具塞容量瓶中, 加入 50.0ml 50% 甲醇水溶液, 振摇 1hr, 离心 (5000r/min) 5min, 滤取上清液备用。

按本文前述色谱条件进样, 用外标法定量, 富马酸克敏停回收率为99.96%, 标准偏差为0.75, 变异系数为0.75% (n=5)。

3. 样品测定

取富马酸克敏停片20片, 精密称定, 研细精密称取适量约相当于富马酸克敏停 7mg, 按照回收率

表 2 样品测定结果

批 号	均值 (相当于标示量的%)	±标准差	变异系数 (%)
851212	95.00	± 0.02	0.02
861109	96.75	± 0.08	0.08
861110	95.68	± 0.08	0.08
861111	95.41	± 0.03	0.03

测定的方法进行的操作, 结果见表 2。

讨 论

1. 本文对美国药典的方法作了改进, 具有流量低、分析时间短、灵敏度较高的特点。

2. 提高柱温可改善峰形和缩短保留时间, 若在常温下操作, 色谱峰拖尾较严重, 本法采用35℃, 使拖尾明显改善。

3. 色谱图中第一个峰为富马酸, 第二个峰为克敏停碱, 因而本法采用较高 pH 值的磷酸缓冲液, 以提高流动相的 pH 值, 有利于克敏停碱的游离。

参 考 文 献

- (1) USP XXI, USPC, Inc., Md., P.222, 1985.
- (2) G.Gvebitz, R. Wintersteiger et al., J. Chromatogr., 218,51 (1981).

(收稿日期: 1987年11月14日)

Determination of Clemastine Fumarate Tablet by High Performance Liquid Chromatography with C₁₈ Column Wang Shuli and Shi Yanping, The Institute of Shandong Pharmaceutical Industry

A method for the assay of clemastine fumarate in its tablet by HPLC is described. Separation was conducted on a 4mm×15cm column packed with C₁₈ bonded silica gel using a mobile phase of MeOH-Phosphate buffer aqueous solution (93/7, V/V) at pH 7.8, and fractions were detected by UV at 220nm. This method features low flow rate and high sensitivity. Average recovery was 99.96%, and coefficient of variation of recovery was 0.75%.

薄层色谱法分析味精废液中氨基酸

何 裕 建

(湖南江永县职业中学)

发酵法制味精是一个复杂的生化过程。在生成谷氨酸的同时有其它氨基酸或多或少的生成(1)。虽 TLC 用于氨基酸分离的论文甚多, 但用之于味精废液中氨基酸的分析却并不多见(2)。本文用 TLC 方法以湖南某市味精厂废液作样品, 讨论介绍了 TLC 用于味精废液中氨基酸分析的具体方法。

实 验 部 分

(一) 味精废液的取样和处理

1. 随机取废液一瓶, 离心除去沉淀, 加入酒精杀菌、密封。

2. 取 50ml 废液中速离心半小时, 取上清液倒入 T32 型阳离子 H 型交换树脂中浸泡 10min, 之后