

## HPLC 法测定克拉霉素胶囊含量

陈万里<sup>1</sup>, 任渝江<sup>2</sup>(1. 贵州省药品检验所, 贵阳 550004; 2. 解放军第 44 医院, 贵阳 550009)

**摘要:** 目的: 建立克拉霉素胶囊的含量测定方法。方法: 用高效液相色谱法, 色谱柱: Kromasil-100 C<sub>18</sub> 4.6mm × 250mm, 5μ; 流动相: 乙腈-1/15mol/L 磷酸二氢钾溶液(55:45); 流速: 1.0ml/min; 检测波长: 210nm。结果: 克拉霉素在 25.50~150.00μg/ml 范围内线性关系良好。r = 0.9996, RSD = 0.8%。精密性及回收率结果良好, 结果与药典方法一致。结论: 本法简便、准确、可行, 可用于该制剂的质量控制。

**关键词:** 克拉霉素; 含量; HPLC

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2000)06-0381-02

## Determination the content of clarithromycin capsules by HPLC

CHEN Wan-li, REN Yu-jiang (Guizhou Institute for Drug Control, Guiyang 550004, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE:** To establish a method to determine the content of clarithromycin capsules.

**METHODS:** High performance liquid chromatography and ultraviolet detection at 210nm were used. **RE-**

**SULTS:** Good linearity, precision and recovery were obtained. **CONCLUSION:** The method is simple, rapid and accurately.

**KEY WORDS:** clarithromycin, content, high performance liquid chromatography

克拉霉素 (clarithromycin) 是一种新型的红霉素衍生物, 属第二代大环内酯类抗生素。克拉霉素口服吸收完全, 具有较强的抗菌活性和优良的药动学特性, 是目前大环内酯类中最有效的品种之一, 现行药典标准<sup>[1]</sup>采用微生物法测定其原料及胶囊剂含量。本文采用 HPLC 法测定, 并与抗生素微生物测定法进行比较, 测得结果重现性良好, 精密度较高, 可有效地对克拉霉素胶囊进行质量控制。

### 1 仪器与试剂

岛津 LC-6A 高效液相色谱仪 (日本岛津 SPD-6AV 紫外检测器, C-R3A 数据处理机); 乙腈 (色谱纯), 磷酸二氢钾 (分析纯), 对照品 (中国药品生物制品检定所提供), 克拉霉素胶囊 (市售)。

### 2 色谱条件

色谱柱: Kromasil-100 C<sub>18</sub> 4.6mm × 250mm,

5μ (中科院大连化物所); 流动相: 乙腈-1/15mol/L 磷酸二氢钾溶液(55:45); 流速: 1.0ml/min; 检测波长: 210nm; 进样量: 20μl; 柱温: 40℃

### 3 实验方法

#### 3.1 线性关系实验

精密称取克拉霉素对照品 25mg, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇适量使之溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得 500μg/ml 对照品溶液。分别精密量取对照品溶液 2.50, 5.00, 7.50, 10.00, 12.50, 15.00ml 置 50ml 量瓶中, 加流动相至刻度, 即得 25.50, 75, 100, 125, 150μg/ml 的溶液, 取各供试



图1 克拉霉素 HPLC 色谱图

液 20 $\mu$ l 分别进样作色谱分析, 克拉霉素的色谱图如图 1。以克拉霉素浓度 ( $\mu$ g/ml) 为横坐标, 对照品峰面积为纵坐标, 其直线回归方程为:

$$Y = 0.29014X - 0.0516, r = 0.9996$$

克拉霉素浓度在 25~150 $\mu$ g/ml 范围内有良好的线性关系。

### 3.2 精密度实验

取 100 $\mu$ g/ml 的克拉霉素对照品溶液, 重复进样 10 次, 其峰面积的 RSD 为 0.8%, 第 2 天重复进样 5 次, 其 RSD 为 1.3%, 精密度良好。

### 3.3 加样回收实验

分别用对照品溶液, 样品溶液及样品加对照品溶液, 按线性关系实验项下的方法测定, 算出 5 份加样回收率平均为 99.7%, RSD 为 0.8%, 回收结果满意。

### 3.4 样品分析

取样品 10 粒, 倾出内容物, 混匀, 精密称取适量(约相当于克拉霉素 20mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 $\mu$  的滤膜滤过, 弃去初滤液, 取续滤液 5ml。置 10ml 量瓶中制成每毫升含克拉霉素 100 $\mu$ g 的供试品溶液, 取 20 $\mu$ l 进样分析, 另取对照品溶液同法测定, 按外标法计算供试品

中克拉霉素的量, 同时与抗生素生物检定法进行对比, 5 批样品的测定结果见表 1。

表 1 HPLC 法及抗生素微生物法含量测定结果(%)

NO	HPLC 法	抗生素微生物检定法
1	95.2	94.3
2	94.7	93.5
3	95.9	94.2
4	93.8	92.9
5	95.4	94.4

## 4 讨论

4.1 HPLC 法专属性较抗生素微生物测定法高, 其测定结果的重现性、准确性均可满足含量测定的需要。

4.2 本法含量测定结果与微生物法含量测定结果基本一致, 但本法具有简便、快速, 适宜多份样品同时测定的优点。

4.3 经摸索, 流动相中乙腈-磷酸二氢钾的比例以 55:45 较为适宜, 溶剂峰及杂质峰的干扰较小。

4.4 配制好的样品溶液在冰箱 4 $^{\circ}$ C 放置 24h 再进行测定, 结果未见显著变化, 溶液的稳定性良好。

### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部标准(试行) WS-247(X-213)-97. 收稿日期: 2000-02-28

## 哮喘合剂中盐酸麻黄碱的含量测定

陈勇川, 高振同(第三军医大学西南医院, 重庆 400038)

**摘要:** 目的: 建立哮喘合剂中盐酸麻黄碱的含量测定方法。方法: 用蒸馏法将麻黄碱从哮喘合剂中分离出来, 采用溴麝香草酚蓝比色法测定。结果: 回收率为 100.1%, RSD 为 1.18%。结论: 本法简便、准确, 适于该制剂的含量测定。

**关键词:** 麻黄碱; 比色法; 含量测定

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 1006-0111(2000)06-0382-02

哮喘合剂是我院根据临床需要配制的复方制剂, 由盐酸麻黄碱、氨茶碱、甘草流浸膏等组成, 用于小儿镇咳、平喘。由于成份复杂, 难以用一般方法直接测定盐酸麻黄碱的含量。本文参考有关文献<sup>[1,2]</sup>, 采用在碱性条件下用蒸馏

法将麻黄碱从哮喘合剂中分离出来, 再用溴麝香草酚蓝比色法测定, 现将结果报道如下。

### 1 仪器与试剂

DU-70 型分光光度计(美国贝克曼公司); 盐酸麻黄碱对照品(重庆市药检所)、磷酸盐缓