

· 简 报 ·

# RP-HPLC法测定盐酸芬氟拉明及其片剂的含量

高 青 史志伟<sup>1</sup>

(北京市药品检验所 100035 广州贝氏制药有限公司 510800)

关键词 RP-HPLC; 盐酸芬氟拉明; 含量测定

盐酸芬氟拉明为治疗单纯性肥胖症的药物,中国药典 1995年版有收载<sup>[1]</sup>,其含量测定方法为 GC法,样品用氯仿溶解提取后进样。由于氯仿的强疏水性,测定由水制颗粒压成的片剂时,造成提取不完全,厂家只得改由醇制颗粒压片,成本增高。不仅如此,由于盐酸芬氟拉明在气相色谱柱中不易清除,造成重现性不好,其酸性又对检测器有损害。本文采用 RP-HPLC法测定盐酸芬氟拉明的含量,可得到满意的结果。此方法专属性高,而且具快速、灵敏、重现性好的优点。

## 1 仪器与试药

岛津 LC-6A 液相色谱仪; SPD-6AV 可变波长紫外检测器; C-R1B 色谱处理机

盐酸芬氟拉明对照品,原辅料及盐酸芬氟拉明片均由广州贝氏制药厂提供,甲醇,乙腈均为色谱纯,庚烷磺酸钠,冰醋酸为分析纯。

## 2 实验与结果

### 2.1 色谱条件

Spherisorb Q<sub>8</sub> 5 μm; 流动相: 甲醇-乙腈-庚烷磺酸钠醋酸溶液(250: 60: 190)(取庚烷磺酸钠 2.02 g, 加水适量溶解, 加冰醋酸 5 ml, 加水稀释至 1000 ml, 即得); 流速为 1.0 ml/min; 检测波长: 254 nm; 灵敏度: 0.08 AUFS; 进样量: 20 μl。

盐酸芬氟拉明及其片剂在上述色谱条件下的色谱图相同,见图 1。

### 2.2 对照溶液的配制

取盐酸芬氟拉明对照品 1.0 g, 精密称定, 置 100 ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 作为对照品溶液(10 mg/ml)。

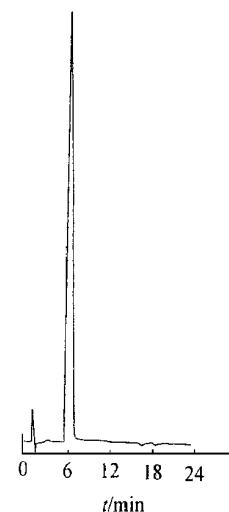


Fig. 1. Chromatograph of fenfluramine hydrochloride

### 2.3 测定结果

2.3.1 线性关系 精密度取对照品溶液 2.0, 3.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 ml, 分别置 50 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摆匀, 进样测定。结果表明, 当盐酸芬氟拉明在 0.4~4.0 mg/ml 浓度范围内, 以峰面积为纵坐标, 浓度 (mg/ml) 为横坐标作图, 得一直线, 回归方程为  $y = 5.6 \times 10^5 + 2.8 \times 10^5 x$ ,  $r = 0.9991$  ( $n = 6$ )。

2.3.2 加样回收试验 精密度取已知含量的样品(980817)0.2 g(约相当于盐酸芬氟拉明 25 mg), 置 25 ml 量瓶中, 准确加入对照品溶液 2 ml, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 滤过, 进样, 计算, 平均回收

率为 99.3% , RSD 为 0.6% , n= 6

2.3.3 进样精密度试验 精密量取对照品溶液 5 ml, 置 50 ml量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摆匀, 重复进样 5次, 样品峰面积的变化小于 0.8% , 进样量从 5 $\mu$ l增加至 20 $\mu$ l时, 样品峰面积的变化小于 1.2%。

#### 2.4 含量测定

取本品 20片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量(约相当于盐酸芬氟拉明 25 mg), 置 25 ml量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 滤过, 量取 20 $\mu$ l注入色谱仪, 记录色谱图; 另取对照品溶液 5 ml, 加甲醇稀释至 50 ml, 摆匀, 同法测定, 按外标法以峰面积计算, 并将结果与药典方法比较, 结果见表 1

Tab 1. The result of sample analysis (n= 3)

This method (%)	RSD (%)	Standard method (%)	RSD (%)
980817 98.65	0.6	97.20	1.0
981008 99.10	0.7	97.83	1.1
990117 99.23	0.8	98.25	1.0

#### 3 讨 论

1)根据被测组分的紫外光谱, 盐酸芬氟拉明在 254 nm 处有吸收峰, 因此本文选择 254 nm 为检测波长。样品放置 4~12 h, 保留时间和峰面积基本不变。

2)流动相的选择, 本文试验了不同浓度的庚烷磺酸钠冰醋酸溶液, 及与甲醇、乙腈的比例, 确定了文中的流动相有合适的保留时间, 洗脱完全, 峰形良好。

3)盐酸芬氟拉明在甲醇中易溶, 其片剂用甲醇亦能提取完全, 因此用甲醇制备供试液即可, 比用流动相制备简便, 经济。

#### 参 考 文 献

- 1 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中华人民共和国药典, 1995年版, 二部. 北京: 化学工业出版社: 626

## Determination of Fenfluramine Hydrochloride in Its Tablets by Reversed Phase HPLC

Gao Qing, Shi Zhiwei

Beijing Institute for Drug Control 100035; Guangzhou Pui's Pharmaceutical Co. Ltd 510800

**Abstract** A HPLC method was established for the determination of Fenfluramine hydrochloride in its tablets. Fenfluramine hydrochloride could be separated on ODS column with a mobile phase of methanol-acetonitrile-sodium heptanesulfonate acetic acid glacial solution (250: 60: 190) and detected at 254 nm. The flow rate was 1.0 ml/min. The average recovery and relative standard deviation were 99.4% and  $\pm 0.6\%$ , respectively. The standard curve was linear in the concentration range of 0.4~4.0 mg/ml and the correlation coefficient was 0.9991. The proposed method is simple, rapid, accurate and reliable.

**Key words** Reversed phase HPLC; Fenfluramine hydrochloride; Determination of content