

离子色谱法对市售药品中有效成分的分析

Analysis of Active Ingredients in Over-the-counter Medicines by Ion Chromatography

高效液相色谱法（HPLC）是日本药典以及各国药典等官方检测法中所采用的分析药品化合物的方法之一。而收载的 HPLC 法中的大多数为反相色谱法（RPC）。但是对于采用 RPC 法较难保留的高极性化合物，使用离子色谱法（IC）可以得到更好的保留。本报告介绍了采用 IC 方法分析市售药品中有效成分的实例。

1. 黄褐斑改善药物中氨甲环酸的分析

对黄褐斑改善药物中的主要有效成分——氨甲环酸进行分析。在日本药典第十七次改订版中，因氨甲环酸疏水性差（logPow:-2.0），所以在流动相中加入离子对试剂，再用 RPC 方法进行定量分析。表 1 所示为分析条件。分析柱使用了 TSKgel IC-Cation I/II HR。黄褐斑改善药物含有吡哆醇、抗坏血酸和泛酸等成分，因氨甲环酸是两性化合物，所以在阳离子交换模式下可以将其与别的有机酸分离开来。使用电导检测器时，会受到氨甲环酸附近洗脱的钾离子影响，所以一般采用紫外检测器。

表 1 分析条件

分析柱：TSKgel IC-Cation I/II HR (4.6 mmI.D. x 100 mm, 5 μm)
淋洗液：2.0 mmol/L HCl + 5 % CH ₃ CN
流 速：0.6 mL/min
柱 温：40℃
进样量：30 μL
检测器：紫外检测（210 nm）

定量分析结果显示，在 10.0~500 mg/L 的浓度范围内，校准曲线线性关系良好，相关系数为 $r^2 = 1.000$ 。根据 S/N 法求出的定量下限值为 4.2 mg/L，根据浓度 10 mg/L 的标准样品测定的变动系数（RSD、n=10）为 3.4%，结果良好。

黄褐斑改善药物的前处理如图 1 所示。将片剂粉碎后，进行水萃取、过滤等简单的前处理后进行测定，色谱图如图 2 所示。在该条件下，可以对杂质成分中的吡哆醇进行同时分析。采用本分析法与参照法得出的定量结果对比，如表 2 所示。包括标示值（药品已注明）在内的各种定量值，结果几乎一致。



图 1 黄褐斑改善药物的前处理方法

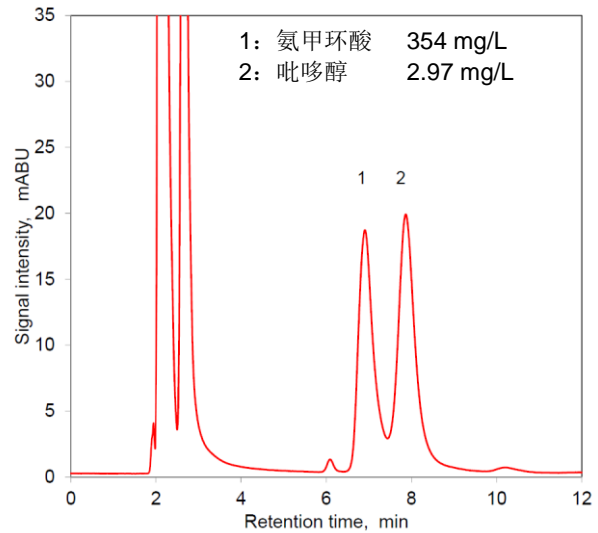


图 2 黄褐斑改善药物提取液的色谱图

表 2 本法与参照法的定量结果对比

分析物	标示值	IC法	参照法
氨甲环酸	187.5	183.1	194.3 (HPLC法 (JP17))
吡哆醇	1.5	1.49	1.21 (微生物检测法)

(mg/片)

2. 镇咳祛痰药中愈创木酚磺酸的分析

分析了镇咳祛痰药中的主要有效成分——愈创木酚磺酸。在日本药典第十七次改订版中，采用叔胺基官能团的离子交换色谱法对愈创木酚磺酸进行纯度检测。表 3 所示为分析条件。分析柱使用了 TSKgel Super IC-Anion HS。镇咳祛痰药中含有 DL-甲基麻黄碱和西吡氯铵等成分。其中，西吡氯铵在阴离子交换模式下无法被保留，故可以将其与愈创木酚磺酸分离开。检测器是将电导检测器与紫外检测器联用。

表 3 分析条件

分析柱：TSKgel Super IC-Anion HS (4.6 mm I.D. x 100 mm, 3.5 μm)
淋洗液：7.6 mmol/L NaHCO ₃ + 6.0 mmol/L Na ₂ CO ₃ + 10 % CH ₃ CN
流 速：1.2 mL/min
柱 温：40℃
进样量：30 μL
检测器：电导检测（使用抑制器） 紫外吸收检测（210 nm）

任一检测方法在 1.0~20 mg/L 的浓度范围内，线性关系均良好，相关系数在 $r^2 = 0.999$ 以上。根据 S/N 法求出的定量下限值分别为 0.28 mg/L（电导检测）和 0.072mg/L（紫外吸光度检测）。根据标准样品测定的变异系数（RSD、n=10）分别为 3.4%（电导率检测、样品浓度 1.0 mg/L）和 1.0%（紫外吸光度检测、样品浓度 0.2 mg/L），都可以取得良好的结果。

镇咳祛痰药的前处理如图 3 所示。与黄褐斑改善药的前处理方法相同，将片剂粉碎后，简单进行水萃取、过滤后进行测定。在前处理中，大部分水溶性差的 DL-甲基麻黄碱均无法从样品溶液中提取出来，色谱图如图 4 所示。因不受杂质成分的影响，检测得到的峰形良好。采用本分析法与参照法得出的定量结果对比，如表 4 所示。包括标示值在内的各种定量值，结果几乎一致。

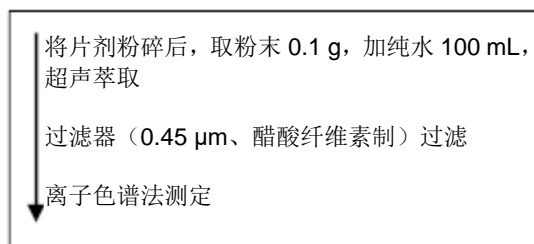


图 3 镇咳祛痰药的前处理

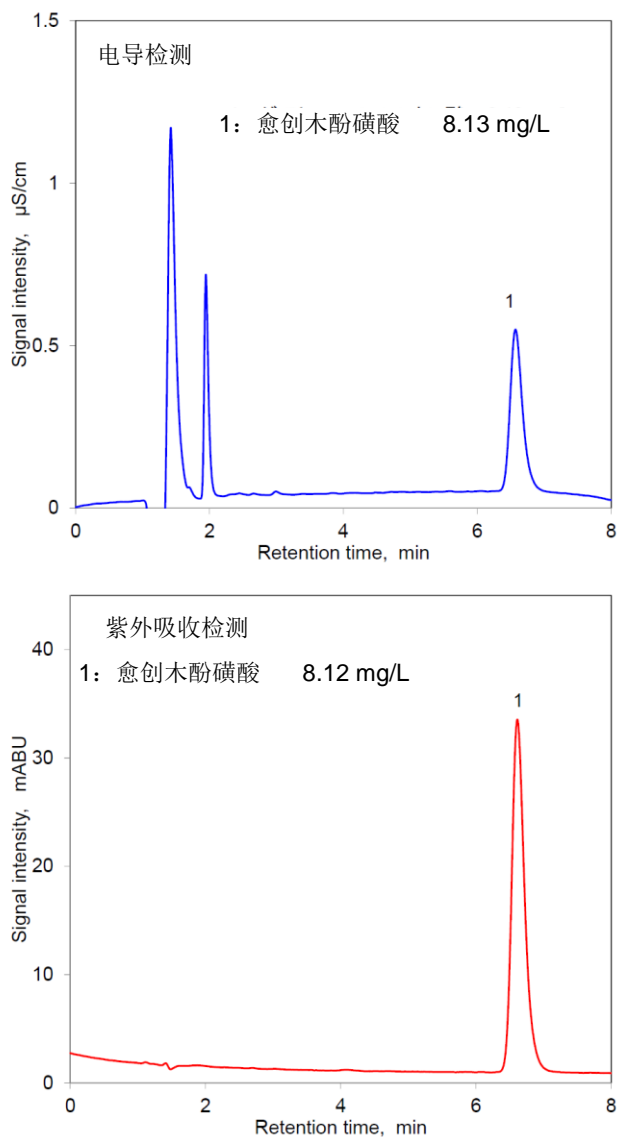


图 4 镇咳祛痰药提取液的色谱图

表 4 本法与参照法的定量结果对比

标示值	IC法		参照法 (吸光光度法)
	CM检测	UV检测	
11.25	11.1	11.3	11.8

(mg/片)