

# 岛津 Nexera LC-40 测定复方氯唑沙宗片中有有效成分的含量

LC-181

**摘要：**本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，建立了复方氯唑沙宗片中有有效成分含量测定的方法。该方法中，氯唑沙宗在 0.3-300.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、对乙酰氨基酚在 0.36-360.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  线性范围内线性良好，相关系数均大于 0.999。精密度实验中，氯唑沙宗和对乙酰氨基酚的保留时间相对标准偏差为 0.11-0.33%；峰面积的相对标准偏差为 0.04-0.57%。供试品中氯唑沙宗标示量为 101.3%，对乙酰氨基酚标示量为 105.7%。实验结果表明，该方法能快速准确地测定复方氯唑沙宗片中有有效成分的含量。

**关键词：**Nexera LC-40 高效液相色谱仪 复方氯唑沙宗片 氯唑沙宗 对乙酰氨基酚

复方氯唑沙宗片适用于各种急性、慢性软组织扭伤、挫伤，运动后肌肉酸痛、肌肉劳损所引起的疼痛、由中枢神经病变引起的肌肉痉挛，以及慢性筋膜炎等。其有效成分对乙酰氨基酚为非甾体类解热镇痛药，通过抑制前列腺素的合成而产生镇痛、解热作用；氯唑沙宗为一种中枢性骨骼肌松弛剂，通过作用于脊髓和大脑皮层下中枢，缓解痉挛所致疼痛并增加受累肌肉的灵活性。

国家药典委员会 2019 年 3 月发布了“关于复方

氯唑沙宗片标准的公示”复方氯唑沙宗片检定方法征求意见稿。按照征求意见稿中复方氯唑沙宗片含量测定项下要求，供试品中含氯唑沙宗和对乙酰氨基酚的标示量均应为 90.0%~110.0%。

本实验使用 Nexera LC-40 高效液相色谱仪建立了复方氯唑沙宗片中氯唑沙宗和对乙酰氨基酚的含量测定方法，该系统具有分析速度快、稳定性高的特点，适用于制药药检相关行业对药品质量控制和分析的检验检测工作。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，具体配置为：SCL-40（系统控制器），DGU-405（脱气机），LC-40B XR（输液泵），SIL-40C XR 自动进样器，CTO-40C（柱温箱），SPD-M40A（二极管阵列检测器），LabSolutions Ver. 5.97（色谱工作站）。



图 1 岛津 NexeraLC-40 高效液相色谱仪

## 1.2 分析条件

色谱柱: Shim-pack VP-ODS (4.6 mm I.D.×150 mm L, 5 μm)

流动相: A相 -0.05 mol/L 磷酸氢二钠溶液; B相 - 甲醇

流速: 1.0 mL/min

柱温: 40°C

检测波长: 280 nm

进样体积: 5 μL

洗脱方式: 等度洗脱, A/B = 60/40 (v/v)

## ■ 样品前处理

对照品溶液制备: 参照征求意见稿含量测定项下测定法, 取对氯唑沙宗和乙酰氨基酚对照品各适量, 精密称定, 加甲醇适量使溶解, 用流动相定量稀释制成每 1 mL 中分别约含 0.25 mg 与 0.30 mg 的混合溶液, 即得。

供试品溶液制备: 参照征求意见稿含量测定项下测定法, 取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量 (约相当于氯唑沙宗 25 mg), 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 振摇使氯唑沙宗和对乙酰氨基酚溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 作为供试品溶液。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 对照品溶液色谱图

按照 1.2 中分析条件对 2 中对照品溶液进行测定, 色谱图如图 2 所示。岛津 Nexera LC-40 系统自动进样器 SIL-40CXR 具备多种预处理程序, 可实现在线稀释样品溶液、在线柱前衍生、Co-injection、重叠进样等。自动进样器预处理程序稀释功能可实现在线样品溶液稀释进样, 操作简便, 自动化程度高, 准确度高。稀释功能程序设定如图 3 所示, 将对照品溶液 (氯唑沙宗 300.0 μg/mL, 对乙酰氨基酚 360.0 μg/mL) 经离线手动稀释 10 倍 (标准模式) 与自动在线稀释 10 倍 (稀释功能模式) 的谱图对比, 如图 4 所示, 对比结果见表 1。

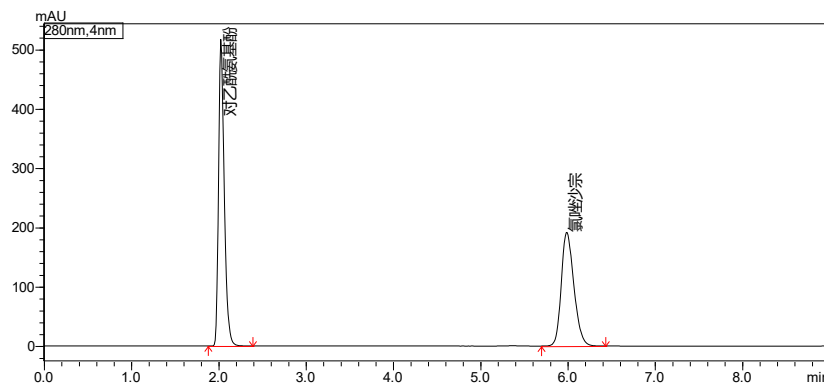


图 2 对照品溶液色谱图 (氯唑沙宗 250.0 μg/mL, 对乙酰氨基酚 300.0 μg/mL)

SIL-40C XR 直接进样

模式 稀释

**设置样品瓶**

	原液瓶:	指定样品瓶	样品瓶架号	1	样品瓶号	19	偏移	5
	稀释液瓶:	指定样品瓶	1	20				

**设置稀释**

总体积: 100  $\mu$ L  
 稀释因子: 10 -> 稀释后浓度: 10 %

**设置混合**

混合次数: 5 混合体积: 45  $\mu$ L  
 混合顶部空气:  是  否 等待时间: 0.1 min

图 3 自动进样器 SIL-40CXR 稀释功能程序设定

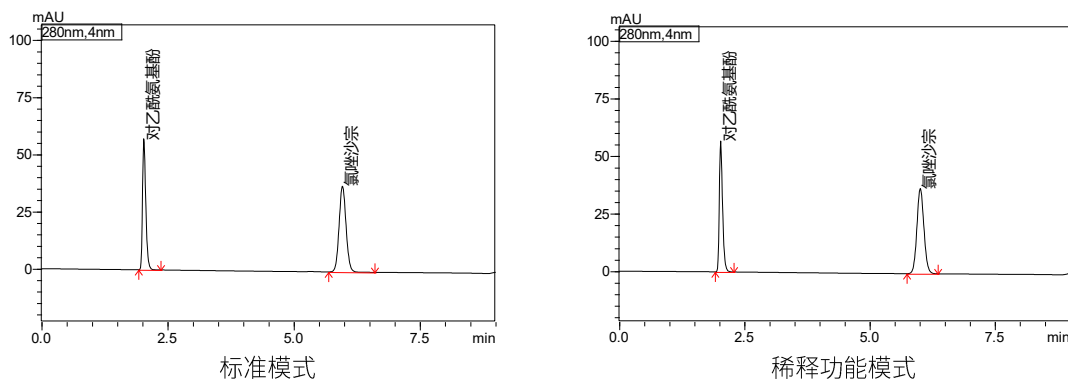


图 4 对照品溶液色谱图 (氯唑沙宗 30.0  $\mu$ g/mL, 对乙酰氨基酚 36.0  $\mu$ g/mL)

表 1 标准模式和稀释功能模式比对结果

模式	氯唑沙宗 (30.0 $\mu$ g/mL)		对乙酰氨基酚 (36.0 $\mu$ g/mL)	
	R.T.	Area	R.T.	Area
标准模式	5.966	359,642	2.030	258,837
稀释功能模式	5.969	359,913	2.031	258,933

### 3.2 标准曲线

按 1.2 中的分析条件进行测定, 以浓度为横坐标, 峰面积比为纵坐标, 采用外标法建立标准曲线, 结果如图 5 所示, 氯唑沙宗在 0.3-300.0  $\mu$ g/mL 线性浓度范围内, 线性相关性良好, 相关系数为 0.9997; 对乙酰氨基酚在 0.36-360.0  $\mu$ g/mL 线性浓度范围内, 线性相关性良好, 相关系数为 0.9999, 具体结果见表 2。

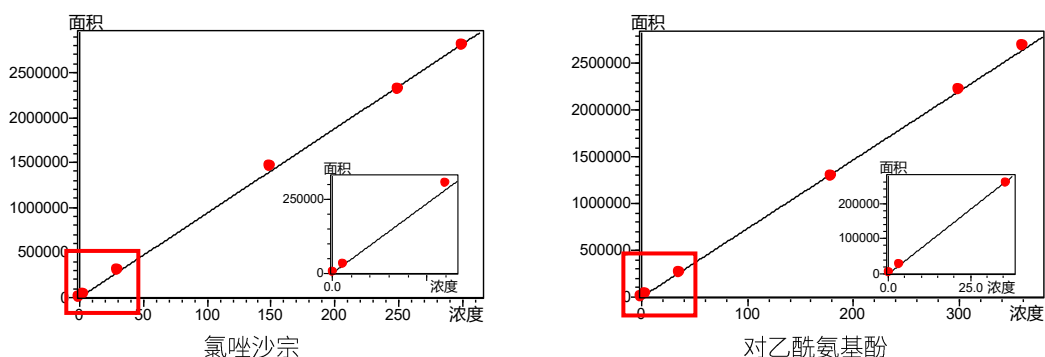


图5 氯唑沙宗和对乙酰氨基酚标准曲线

表2 标准曲线参数

名称	英文名称	CAS No.	线性范围 ( $\mu\text{g/mL}$ )	线性方程	相关系数	准确度 %
氯唑沙宗	Chlorzoxazone	95-25-0	0.3-300.0	$Y = (9386.80)X + 1109.64$	0.9997	85.1-108.0
对乙酰氨基酚	Paracetamol	103-90-2	0.36-360.0	$Y = (7359.77)X + (-518.142)$	0.9999	96.2-107.7

### 3.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定，选择低浓度（氯唑沙宗 0.30  $\mu\text{g/mL}$ ，对乙酰氨基酚 0.36  $\mu\text{g/mL}$ ）、中浓度（氯唑沙宗 30.0  $\mu\text{g/mL}$ ，对乙酰氨基酚 36.0  $\mu\text{g/mL}$ ）、高浓度（氯唑沙宗 250.0  $\mu\text{g/mL}$ ，对乙酰氨基酚 300.0  $\mu\text{g/mL}$ ）的对照品溶液分别连续进样测定 6 次重复性色谱图如图 6 所示。氯唑沙宗的保留时间 RSD% 为 0.19-0.33%；峰面积 RSD% 为 0.04-0.57%；对乙酰氨基酚的保留时间 RSD% 为 0.11-0.14%；峰面积 RSD% 为 0.12-0.41%，结果见表 3。结果表明，Nexera LC-40 液相色谱仪具有良好的精密度。

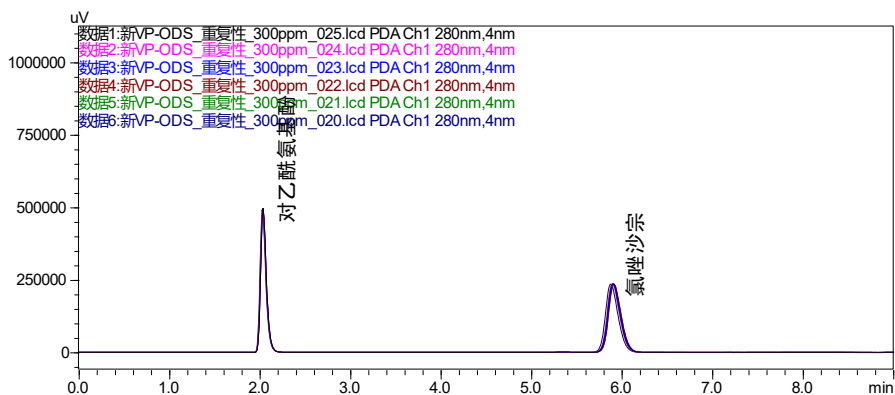


图6 对照品溶液重复性色谱图（氯唑沙宗 250  $\mu\text{g/mL}$ ，对乙酰氨基酚 300.0  $\mu\text{g/mL}$ ）

表3 对照品溶液精密度的结果 (n=6)

	低浓度 (RSD%)		中浓度 (RSD%)		高浓度 (RSD%)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
氯唑沙宗	0.33	0.57	0.19	0.09	0.22	0.04
对乙酰氨基酚	0.11	0.41	0.11	0.12	0.14	0.14

### 3.4 样品含量测定

取某厂家生产的复方氯唑沙宗片（规格：每片含氯唑沙宗 0.125 g，含对乙酰氨基酚 0.15 g）10 片，精密称定，平均片重为 321.10 mg。研细，精密称取 68.44 mg 粉末，按照 2 中步骤得到供试品溶液，上机分析。供试品溶液连续进样测定 6 次，氯唑沙宗和对乙酰氨基酚的保留时间 RSD% 分别为 0.15% 和 0.07%，峰面积分别为 0.10% 和 0.22%，仪器精密度良好。供试品溶液色谱图及重复性色谱图如图 7- 图 8 所示，供试品溶液重复性结果见表 4。使用外标法定量，计算得到供试品中氯唑沙宗的标示量为 101.3%；对乙酰氨基酚标示量为 105.7%，符合征求意见稿要求（征求意见稿含量测定项下供试品中含氯唑沙宗和对乙酰氨基酚的标示量均应为 90.0%~110.0%）。

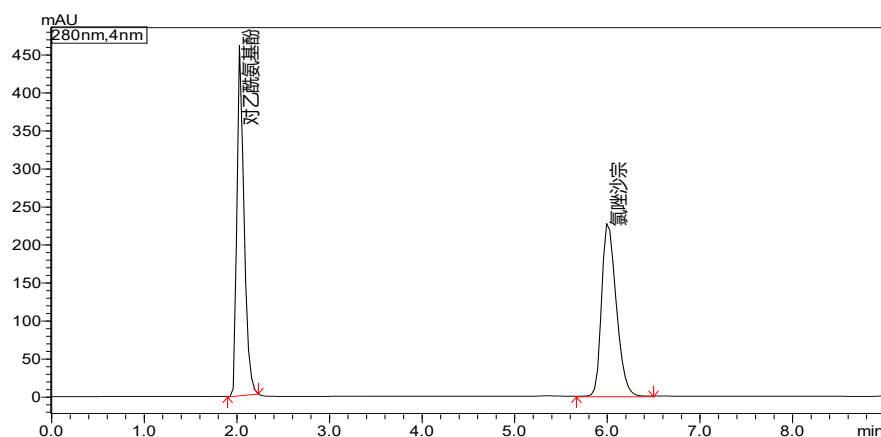


图 7 供试品溶液色谱图

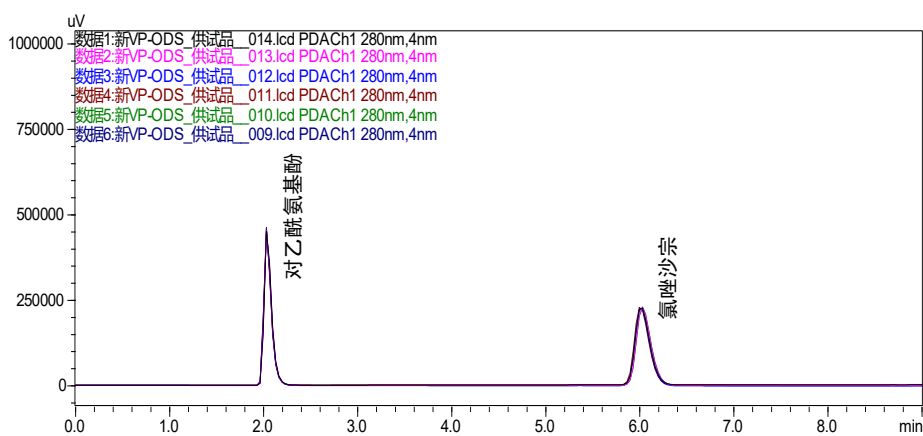


图 8 供试品溶液连续 6 针重复性色谱图

表 3 对照品溶液精密度的结果 (n=6)

	氯唑沙宗			对乙酰氨基酚		
	R.T.	Area	浓度 (µg/mL)	R.T.	Area	浓度 (µg/mL)
1	6.020	2,499,895	270.46	2.042	2,448,738	338.46
2	6.034	2,504,840	271.00	2.042	2,449,027	338.50
3	6.019	2,497,946	270.25	2.040	2,446,230	338.11
4	6.011	2,497,517	270.20	2.039	2,444,493	337.87

5	6.035	2,500,478	270.53	2.041	2,437,871	336.96
6	6.020	2,500,787	270.56	2.039	2,436,579	336.78
平均值	6.023	2,500,244	270.50	2.040	2,443,823	337.78
RSD (%)	0.15	0.10		0.07	0.22	

## ■ 结论

本实验使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，参照“关于复方氯唑沙宗片标准的公示”复方氯唑沙宗片检定方法征求意见稿中含量测定项，建立了复方氯唑沙宗片中有效成分含量测定的方法。结果表明，氯唑沙宗在 0.3-300.0  $\mu\text{g/mL}$ 、对乙酰氨基酚在 0.36-360.0  $\mu\text{g/mL}$  线性范围内线性良好，相关系数均大于 0.999。精密度实验中，氯唑沙宗和对乙酰氨基酚的保留时间相对标准偏差为 0.11-0.33%；峰面积的相对标准偏差为 0.04-0.57%，仪器精密度良好；供试品中氯唑沙宗的标示量为 101.3%；对乙酰氨基酚标示量为 105.7%，结果均符合征求意见稿要求。

岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪分析速度快、稳定性良好、结果准确度高，适用于制药药检相关行业对药品质量控制和分析的检验检测工作。