

HPLC 法测定舒必利注射液的含量

夏维杰 (沈阳军区总医院 沈阳 110016) 王超众 (齐齐哈尔市药品检验所)

摘要 目的: 建立 HPLC 法测定舒必利注射液的含量。方法: 采用 Diamonsil C_{18} 柱(150 mm×4.6 mm, 5 μ m), 以乙腈-0.05 mol·L⁻¹ 三乙胺溶液(用磷酸调节 pH 至 3.0)(8:92)为流动相, 流速 1.0 ml·min⁻¹, 检测波长 292 nm。结果: 舒必利在 2~20 μ g 范围内呈良好的线性关系, $r=0.999\ 6$; 平均回收率为 99.6%, $RSD=0.14\%$ ($n=6$)。结论: 本法简便、灵敏度高, 专属性好。

关键词 高效液相色谱法; 舒必利注射液; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2010)03-0380-02

Determination the Content of Sulpiride Injection by HPLC

Xia Weijie¹, Wang Chaozhong² (1. Department of Pharmacy, General Hospital Of Shenyang Military Region, Shenyang 110016 China; 2. Qiqihaer Institute for Drug Control)

ABSTRACT Objective: To develop a HPLC method for determination the content of Sulpiride injections. Method: The Diamonsil C_{18} column (150 mm×4.6 mm, 5 μ m) was used, the acetonitrile-0.05 mol·L⁻¹ triethylamine solution (adjusted pH to 3.0 with phosphoric acid) (8:92) as mobile phase. The flow rate was 1.0 ml·min⁻¹, the detection wavelength was 292 nm. Result: The linear range of sulpiride was 2.0~20 μ g ($r=0.999\ 6$). The average recovery was 99.6% ($RSD=0.14\%$, $n=6$). Conclusion: This method is simple, sensitive, and specific.

KEY WORDS HPLC; Sulpiride injection; Content determination

舒必利是一种中枢性止吐药, 止吐作用强大, 亦有抗精神病作用, 并有一定的抗抑郁作用。《中国药典》2005 版二部采用紫外分光光度法测定其注射液的含量^[1], 另有文献采用比色法测定舒必利及其片剂的含量^[2]和采用荧光光度法测定舒必利制剂的含量^[3]。本文采用 HPLC 法测定舒必利注射液的含量, 方法操作简便, 且灵敏度更高, 专属性更强, 结果准确, 可有效的控制产品的质量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

安捷伦 1100 高效液相色谱仪; G1314A VWD 紫外检测器; 安捷伦色谱工作站。

1.2 试剂

舒必利对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 203-9401)。舒必利注射液(上海某制药厂; 批号: 20080901, 20080902, 20081001; 规格: 2 ml: 100 mg), 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C_{18} (150 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-0.05 mol·L⁻¹ 三乙胺溶液, 用磷酸调节 pH 至 3.0 (8:92), 流速: 1.0 ml·min⁻¹; 检测波长 292 nm; 柱温 28 $^{\circ}$ C。

2.2 线性关系试验

精密称取舒必利对照品 201.12 mg 置 200 ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密量取对照品溶液 5, 10, 20, 30, 40, 50 ml 置 50 ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀。精密量取上述溶液各 20 μ l 注入液相色谱仪, 记录色

谱图, 以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 经线性回归, 回归方程为: $Y=8.70X+5.62$ ($r=0.999\ 6$)。结果表明, 舒必利浓度在 2~20 μ g 范围内与其峰面积呈良好的线性关系。

2.3 加样回收试验

取已知含量的舒必利注射液样品, 精密量取 2 ml, 置 100 ml 量瓶中, 共 6 份, 分别精密加入舒必利对照品溶液 (20.35 mg·ml⁻¹) 4, 5, 6 ml 各 2 份, 按“样品测定”项下方法, 自“用流动相稀释至刻度, 摇匀。精密量取 25 ml……”起测定, 测得平均回收率为 99.6%, $RSD=0.14\%$ ($n=6$)。

2.4 重复性试验

精密量取同一批号的舒必利注射液 6 份, “照含量测定”项下方法制备 250 μ g·ml⁻¹ 的供试品溶液, 进样 20 μ l 测定, $RSD=0.25\%$ ($n=6$)。

2.5 精密度试验

取同一份“含量测定”项下的对照品溶液, 同法连续进样 5 次, 每次 20 μ l, 测定峰面积, $RSD=0.11\%$ ($n=5$)。

2.6 稳定性试验

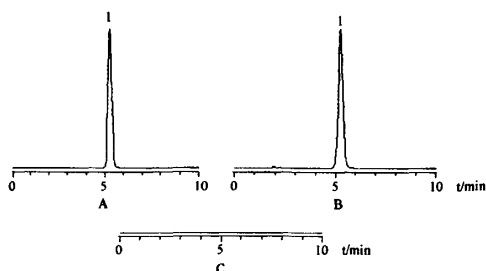
取同一份“含量测定”项下的供试品溶液在室温下放置, 分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 进样 20 μ l 测定峰面积, $RSD=0.40\%$ ($n=5$), 结果表明舒必利在供试品溶液室温下 12 h 稳定。

2.7 样品测定

精密量取本品 2 ml, 置 100 ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。精密量取 25 ml, 置另一 100 ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。另取舒必利对照品适量, 精密称定, 用流动相溶解并稀释成每 1 ml 中约含 250

通讯作者: 夏维杰 Tel: (024)28851728 E-mail: xiawj2009@yahoo.cn

μg 的溶液,作为对照品溶液。精密量取上述两种溶液各20 μL ,注入液相色谱仪,记录色谱图(图1),按外标法(以峰面积)计算,即得。并同时与按《中国药典》2005版二部方法测定的结果比较,结果见表1。



A. 对照品 B. 供试品 C. 空白 1. 舒必利

图1 舒必利 HPLC 色谱图

表1 含量测定结果(标示量%)

批号	HPLC法	紫外法
20080901	96.7	97.1
20080902	96.5	97.2
20081001	97.5	97.6

3 讨论

3.1 舒必利对照品溶液的最大吸收波长为215,292 nm,采

用292 nm作为检测波长可获得高灵敏度,良好的峰形,故选择此波长进行检测。

3.2 实验中比较了甲醇-水,磷酸二氢钾-四丁基溴化铵缓冲液-乙腈溶液^[4],甲醇-20 mmol·L⁻¹磷酸二氢钾溶液^[5],乙腈-0.05 mol·L⁻¹三乙胺溶液,用磷酸调节pH至3.0)四种流动相,结果表明采用第四种流动相时主峰理论塔板数最高,因此采用乙腈-0.05 mol·L⁻¹三乙胺溶液,用磷酸调节pH至3.0)为流动相。

3.3 《中国药典》2005版二部舒必利注射液的含量测定为紫外分光光度法,本文建立了HPLC法测定其含量,测定结果表明:两种方法测定结果一致,且本文方法专属性更强,操作简单,避免了杂质吸收而带来的误差,能更好控制药品质量。

参考文献

- 1 中国药典[S]. 2005年版二部. 788
- 2 郑台,李世芳. 舒必利及其片剂的比色法测定[J]. 药物分析杂志, 1999, 19(1): 10-12
- 3 赵慧春,李燕玲. 荧光光度法测定舒必利制剂的含量[J]. 北京师范大学学报自然科学版, 1996, 32(1): 93-94
- 4 欧阳晓辉,周卫强,赵敏蔚,等. 反相高效液相色谱法测定舒必利的含量[J]. 科技咨询导报, 2007, 27: 8
- 5 曲莉,王智民,朱勤,等. 高效液相色谱法测定左旋舒必利片的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(4): 19

(2009-07-28 收稿 2009-10-29 修回)

HPLC法测定司坦唑醇片的含量

刘向红 卢日刚 滕南雁 赵庄 (广西壮族自治区食品药品检验所 南宁 530021)

摘要 目的: 建立HPLC法测定司坦唑醇片的含量。方法: 色谱柱为C₁₈柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-0.05 mol·L⁻¹磷酸二氢铵溶液(75:25); 流速为1.0 ml·min⁻¹; 检测波长为224 nm。结果: 司坦唑醇进样量在0.09~4.55 μg 范围内与峰面积呈良好线性关系($r=0.9999$); 平均回收率为101.0%, RSD为1.63% ($n=9$)。结论: 该法简便、准确, 适用于司坦唑醇片的质量控制。

关键词 HPLC法; 司坦唑醇片; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2010)03-0381-03

Determination the Content of Stanozolol Tablets by HPLC

Liu Xianghong, Lu Rigang, Teng Nanyan, Zhao Zhuang (Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning 530021, China)

ABSTRACT Objective: To establish a HPLC method for determination the content of stanozolol tablets. **Method:** The Inertsil ODS3 C₁₈ column (150 mm×4.6 mm, 5 μm) was used, the methanol-0.05 mol·L⁻¹ ammonium dihydrogen phosphate solution (75:25) as mobile phase, the flow rate was 1.0 ml·min⁻¹, the detection wavelength was 224 nm. **Result:** The linear range of stanozolol was 0.09-4.55 μg , $r=0.9999$, the average recovery was 101.0% with RSD 1.63% ($n=9$). **Conclusion:** The method is simple and accurate, it can be used for quality control of stanozolol tablets.

KEY WORDS HPLC; Stanozolol tablets; Content determination

司坦唑醇片收载于《中国药典》2005年版二部,在BP 2008年版中也有收载。该药品为蛋白同化激素^[1],用于慢性消耗性疾病、重病及手术后体弱消瘦、年老体弱、骨质疏松症、小儿发育不良、再生障碍性贫血、白细胞减少症、血小板

减少症、高脂血症等。还用于防治长期使用皮质激素引起的肾上腺皮质机能减退^[2,4]。各国药典现行版含量测定法均为差示UV法,操作较繁琐且专属性不强。根据《中国药典》2010年版课题任务书的要求,本文采用高效液相色谱法测

通讯作者: 刘向红 Tel: (0771) 2611940 E-mail: gxh1xh@yahoo.com.cn

HPLC法测定舒必利注射液的含量

作者: [夏维杰](#), [王超众](#), [Xia Weijie](#), [Wang Chaozhong](#)
作者单位: [夏维杰, Xia Weijie \(沈阳军区总医院, 沈阳, 110016\)](#), [王超众, Wang Chaozhong \(齐齐哈尔市药品检验所\)](#)
刊名: [中国药师](#) 
英文刊名: [CHINA PHARMACIST](#)
年, 卷(期): 2010, 13 (3)

参考文献(5条)

1. [曲莉;王智民;朱勤](#) 高效液相色谱法测定左旋舒必利片的含量[期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2006 (04)
2. [欧阳晓辉;周卫强;赵敏蔚](#) 反相高效液相色谱法测定舒必利的含量[期刊论文]-[科技咨询导报](#) 2007 (27)
3. [赵慧春;李燕玲](#) 荧光光度法测定舒必利制剂的含量 1996 (01)
4. [郑台;李世芳](#) 舒必利及其片剂的比色法测定[期刊论文]-[药物分析杂志](#) 1999 (01)
5. [中国药典](#) 2005年版二部

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201003027.aspx