

HPLC 法测定散剂中阿斯匹林含量

吴永江 陈启琪 (浙江医科大学药理学系, 杭州 310006)

徐小岗 郑耀你 (浙江衢州制药总厂, 衢州 324000)

摘要 用HPLC法对阿斯匹林散剂中阿斯匹林含量进行了测定。阿斯匹林浓度在100~2000 $\mu\text{g/ml}$ 范围内线性关系良好, 回收率为97.64%。

关键词 阿斯匹林 高效液相色谱法

阿斯匹林是传统的解热镇痛药, 该片剂的主要缺点是阿斯匹林对胃的刺激性较强。将阿斯匹林制成散剂后, 由于加入了脱脂奶粉等辅料, 可以大大减小对胃的刺激。我们采用HPLC法对阿斯匹林散剂的含量进行了测定^[1,2,3]。该法操作简单, 干扰少, 结果准确。

1 仪器与试剂

1.1 仪器与条件: 岛津LC-6A高效液相色谱仪, C-R4A色谱数据处理机, 80-1型离心机。色谱条件为: Shimadzu CLC ODS柱, $\phi 0.3 \times 15 \text{ cm}$, 流动相为甲醇:水:冰醋酸(55:45:2.5), 紫外检测器, 检测波长254 nm。

1.2 试剂: 甲醇(分析纯及色谱纯)
冰醋酸(分析纯)

2 方法与结果

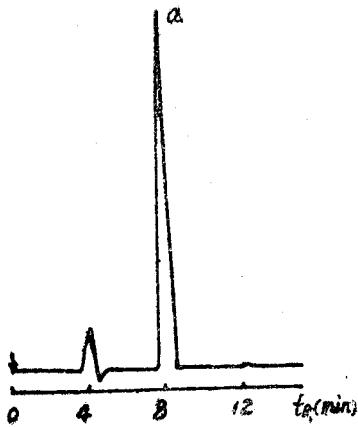
2.1 阿斯匹林标准液制备: 精密称取阿斯匹林标准品(经精制)0.5 g, 置于100 ml量瓶中, 用适量无水甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀后备用。

2.2 线性试验及回归方程: 分别取上述阿斯匹林标准液0.20、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 ml, 置于10 ml量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀后分别进高效液相色谱分析。将阿斯匹林峰面积与浓度进行线性回归, 得 $A = -91.3012 + 91.3828C$, $r = 0.9999$ 。阿斯匹林浓度在100~2000 $\mu\text{g/ml}$ 范围

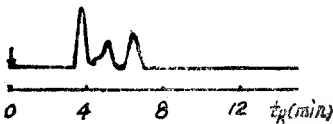
上清液进样分析, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

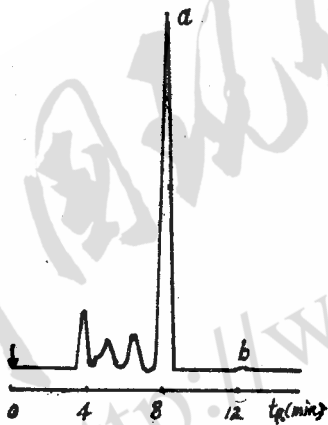
阿斯匹林 加入量(g)	阿斯匹林 测得量(g)	回收率 (%)	平均回收率 $\pm s(\%)$
0.0135	0.0131	97.04	97.64 $\pm$ 0.95
0.0275	0.0267	97.09	
0.0572	0.0566	98.95	
0.1009	0.0979	97.03	
0.1570	0.1522	96.94	
0.1964	0.1940	98.78	



A. 阿斯匹林标准品



B. 样品空白



C. 样品

a. 阿斯匹林

b. 水杨酸

时线性关系良好。

2.3 回收率试验: 称取0.5 g空白基质六份, 置于100 ml量瓶中, 分别加入0.01、0.03、0.05、0.10、0.15、0.20 g阿斯匹林标准品, 加冰醋酸1 ml, 加适量甲醇振摇(或用超声波)使其中的阿斯匹林溶解, 然后用甲醇稀释至刻度, 摇匀。取适量浑浊液于离心试管中, 于4000转/min离心3—5 min, 取

2.4 样品测定: 准确称取0.5 g阿斯匹林散剂, 置于100 ml量瓶中, 加冰醋酸1 ml, 以下按回收率试验项下方法进行, 共测定了三个批号的样品, 结果见表 2。

表 2 散剂中阿斯匹林测定结果

批号	阿斯匹林含量(以标示量的百分含量表示)
920501	99.52 $\pm$ 0.42 (n = 5)
920502	100.9 $\pm$ 0.75 (n = 4)
920503	99.26 $\pm$ 0.45 (n = 4)

3 讨论

3.1 作者曾用化学分析法试图测定散剂中阿斯匹林含量, 但由于干扰严重无法实现。用高效液相色谱法进行测定时, 阿斯匹林与干扰物质分离好, 干扰少, 结果准确。

3.2 阿斯匹林易水解, 特别是当温度较高时, 故在样品预处理时加入冰醋酸以抑制其水解。另外在测定过程中, 应尽可能将被测溶液保持在较低温度。

参 考 文 献

- 1 安登魁主编. 药物分析. 北京: 人民卫生出版社, 1992.
- 2 吴越, 吴葆杰. 阿斯匹林与烟酸联合应用时血药浓度测定. 药学报, 1989, 24(6): 407
- 3 Buskin RN, Upton RA, and Williams RL. Improved liquid chromatography of aspirin, salicylic acid in plasma, with a modification for determining aspirin metabolites. Clinical chemistry, 1982, 28(5), 1200.

收稿日期: 1993-04-13

Determination of Aspirin in Granules by HPLC

Wu Yongjiang, Chen Qiqi

(Department of Pharmacy, Zhejiang Medical University, Hangzhou 310006)

Xue Xiaogang, Zheng Yaoni

(Quzhou Pharmaceutical Factory, Quzhou 324000)

Abstract A HPLC method was used in the determination of aspirin in granules. There existed a good linear relationship between the area of chromatographic peak and the concentration of aspirin when the concentration of aspirin was 100—2000 ug/ml. The recovery of aspirin was 97.64%. This method is simple and accurate.

Key words Aspirin HPLC