

HPLC 法检测炔诺酮中有关物质

杨伟峰 陈 勇 (浙江省药品检验所, 杭州 310004)

炔诺酮为甾体类激素, 作为女性口服避孕药的主要成份, 使用较为广泛。因本品系从天然提取物半合成而得, 杂质较多, 中国药典及英、美药典均采用薄层色谱法控制杂质限度。作者试用高效液相色谱法进行检测, 经多次实验获得了较为满意的结果。

1 仪器与试剂

1.1 仪器: Shimadzu LC-6A 高效液相色谱仪

1.2 试剂: 甲醇、乙腈均为色谱纯。

重蒸水(新鲜制)

1.3 药品: 炔诺酮为浙江及上海产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: Nova-Pak C18

流动相：甲醇—乙腈—水(36:12:52)

检测波长：240 nm 流速：1.0 ml/min

灵敏度：0.08 AUFS

理论塔板数按炔诺酮计算为2400。杂质与炔诺酮的分离度为2.6。

2.2 实验结果

取炔诺酮适量，加甲醇制成每1 ml含0.5mg的溶液(1)和每1 ml含0.01 mg的溶液(2)，在上述色谱条件下进样20 ul，记录色谱图至主成分保留时间的2倍。检测4批样品，从色谱图可见3个主要的杂质峰，溶液(1)的杂质峰的面积均小于溶液(2)的主成分峰的面积。另按面积归一化法，计算杂质的百分含量。结果见图和表。



炔诺酮的 HPLC 图谱

产 地	批 号	杂质总量	杂质峰数
		(%)	(HPLC法)
浙 江	9309014	2.08	6
	9309015	2.02	6
	9309016	1.45	6
上 海	920205	2.06	6

3 讨论

3.1 薄层色谱虽具快速、简便的特点，但由于显色后斑点色泽相差较大，且色泽与显色时加热温度、时间及自身对照浓度有关，实际操作时控制困难，导致结果难以判断，曾发现有二批产品主要杂质斑点荧光强度超过自身对照，但通过降低自身对照浓度后斑点色泽接近，可以判定实际并未超出限度，这与 HPLC 法测得结果一致，从实验结果来看，主要杂质峰的峰面积与斑点荧光强度具有一定的相关性。采用 HPLC 法可避免人为主观因素。

3.2 作者曾选用甲醇—水为流动相，试用多种不同比例以期达到较好的分离，结果均告失败。后通过加入乙腈以改善分离，通过调节各组分比例达到了较为满意的结果。

3.3 作者试将几种合成反应的中间体进样，以求初步确定主要杂质的成分，但其保留时间与杂质相差较大。

3.4 如能通过制备色谱或多次重结晶的方法制得对照品，本法可以用于含量测定，则较药典收载的紫外分光光度法具有更好的专属性。

参 考 文 献

- 1 《中国药典》1990年版二部316.
- 2 《中国药典》1995年版二部417.

收稿日期：1995—11—16