

高效液相色谱法测定活络灵胶囊中泼尼松龙和吲哚美辛含量及含量均匀度

韩俊¹ 徐育川 (广州市药品检验所, 广州 510160)

摘要 在 Shimpak CLC-ODS 柱上, 甲醇—0.02 mol/L 醋酸钠溶液(62:38)为流动相, 高效液相色谱法同时测定活络灵胶囊中泼尼松龙和吲哚美辛。紫外检测波长254 nm。二组分线性关系良好, 6次测定的平均回收率 $\pm$ RSD%分别为100.1% $\pm$ 0.04%, 99.6% $\pm$ 0.22%。本法用于制剂的含量及含量均匀度测定, 切实可行。

关键词 液相色谱法 泼尼松龙 吲哚美辛

活络灵(Senterlic)胶囊由泼尼松龙、吲哚美辛等五种成分组成, 临床上用作治疗风湿及神经痛等症。本文提出用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 甲醇—0.02 mol/L 醋酸钠溶液(62:38)为流动相的色谱体系, 同时分离和测定其中的泼尼松龙和吲哚美辛, 方法快速准确, 结果满意。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: 岛津 LC-10AT 泵, SPD-M10A 光电二极管阵列紫外分光光度检测器, 检测波长: 254 nm, CLASS-10A 色谱工作站。

泼尼松龙、吲哚美辛对照品及样品均由香港某药业公司提供。甲醇和醋酸钠为分析纯, 水为二次重蒸水。

2 色谱条件

色谱柱: Shimpak CLC-ODS, 5 μ m, 6 mm $\times$ 150 mm (日本岛津公司), 流动相: 甲醇—0.02 mol/L 醋酸钠溶液(62:38); 流速: 1.50 ml/min; 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 进样量: 20 μ l。

3 方法考察

3.1 线性关系 取泼尼松龙和吲哚美辛对照品适量, 精密称定, 用甲醇配制成一定浓度的标准贮备液。精密量取此贮备液一定量用甲醇—水(70:30)稀释成系列标准溶液, 进行色谱分析, 以组分峰面积(A)对浓度(C)进行回归, 泼尼松龙在0.020~

0.100 mg/ml 的浓度范围内, 线性回归方程为 $C = 7.078 \times 10^{-3} + 3.265 \times 10^{-8} A$, 相关系数 1.0000, 吲哚美辛在0.100~0.500 mg/ml 浓度范围内, 线性回归方程为 $C = -4.282 \times 10^{-4} + 2.614 \times 10^{-8} A$, 相关系数 1.0000。

3.2 干扰因素 按处方配制除待测组分外的空白样品, 依样品处理方法测定, 结果显示片剂中的其它组分及辅料不干扰测定。

3.3 回收率 配制相当于各组分标示量的 90~110% 的模拟样品, 按样品测定方法同法测定。将实际测得量值与添加量比较, 6次测定的泼尼松龙和吲哚美辛的平均回收率分别为 100.1%, RSD% = 0.04%, 99.96%, RSD% = 0.22%。

3.4 重现性与溶液稳定性试验

取同份样品液连续进样 6 次, 测定结果的 RSD 为 0.43%。取配制一份样品溶液, 分别在 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 处测定, 测定结果基本一致 RSD% 为 1.02%, 显示溶液是稳定的。

4 方法应用

4.1 样品测定 取本品内容物 20 粒量, 研细, 精密称取 1 粒量, 加甲醇—水(70:30)适量, 超声助溶, 放冷, 定容, 摇匀, 滤过。取续滤液进行色谱分析, 色谱图见图 1, 按外标法以峰面积计算含量。三批样品经 5 次测定的平均结果见表 1。

1 韩俊, 男, 29岁。1987年7月毕业于苏州大学化学系仪器分析专业。1990年9月至1993年6月在中国药科大学攻读药物分析专业硕士学位。

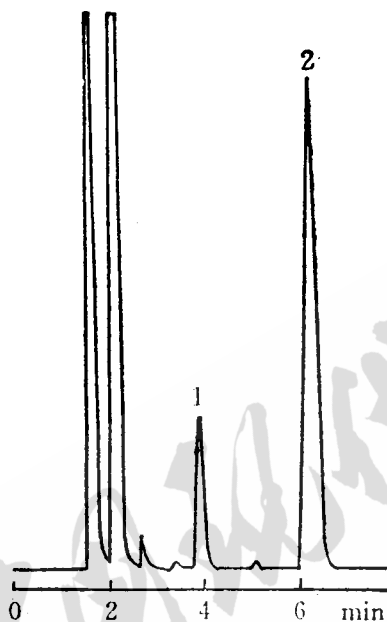


图1 样品色谱图

1 泼尼松龙 2 吲哚美辛

表1 样品测定结果(标示量%)

批 号	泼尼松龙	吲哚美辛
198305	97.1	101.4
19679	91.3	93.0
19991	93.4	94.4

4.2 含量均匀度测定 本品中泼尼松龙和吲哚美辛的药理作用较强,标示量小,有必要对含量均匀度进行检查。按含量测定方法检查了三批样品的含量均匀度,三批样品的结果按中国药典的判断, $A + 1.80S$ 分别为:泼尼松龙8.6, 13.6, 8.6; 吲哚美辛12.9, 12.9, 12.9, 结果均符合规定。

5 讨论

经试验,在不同牌号十八烷基硅胶键合硅胶柱上,甲醇/水作流动相,泼尼松龙和吲哚美辛均有较好峰形,但由于键合相硅烷化程度的不同及硅胶基质的不同,在某些柱上,两者的色谱保留相差较大,且与样品中的共存组分分离欠佳。在水相中加入0.02 mol/L 醋酸钠,提高了泼尼松龙与吲哚美辛的分离选择性,试验范围内与样品中的其他组分达到很好分离。

泼尼松龙和吲哚美辛易溶于甲醇,但用甲醇配制样品,由于样品液的溶剂强度高于流动相溶剂强度,色谱图中吲哚美辛峰展宽,影响分离及测定。若直接用一定比例的甲醇液或流动相溶解样品,则测得的含量结果偏低。经试验,样品先用占混合溶剂体积50—80%的纯甲醇使样品中泼尼松龙与吲哚美辛溶解后,再用水定容,则峰形正常,测定结果满意。

本法作为制剂的质量控制方法,简单易行。

参 考 文 献

- 1 中国药典.1995.二部:1086