

# 高效液相色谱法测定安乃近片含量

毛世瑞<sup>①</sup> 毕殿洲 (沈阳药科大学药剂教研室 沈阳 110015)

安乃近属于吡唑酮类解热镇痛药。目前,安乃近制剂的含量测定方法主要有碘量法<sup>[1]</sup>,紫外分光光度法<sup>[2,3,4]</sup>。本文建立了高效液相色谱测定安乃近制剂含量的方法。

## 1 仪器与药品

仪器 WFZ800—D2 紫外可见分光光度计(北京第二光学仪器厂),LC-6A 高效液相色谱仪(日本岛津),SPD—6AV 紫外检测器(日本岛津)

药品 安乃近纯品,经无水乙醇重结晶数次,药典法测得含量为 100.1%,高效液相色谱法测定含量为 99.96%;扑热息痛,三乙胺,甲醇均为分析纯。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 最大吸收波长选择

将安乃近的甲醇溶液在紫外区扫描,其最大吸收波长为 266nm。

### 2.2 色谱条件

色谱柱为 Sphrisorb-ODS 柱(200mm × 4.6mm ID, 10μm),流动相为甲醇—水—三乙胺(40:60:0.025),磷酸调 pH3.5;流速 1.0ml/min,柱温 30℃,波长 266nm,进样量 10μl,内标物为扑热息痛(2mg/ml)甲醇液。标准色谱图如图 1 所示:

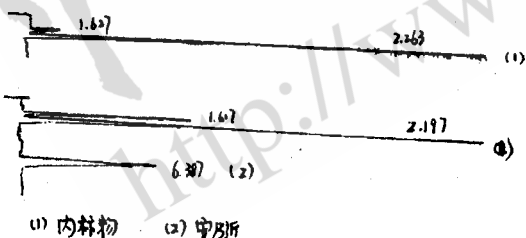


图 1 标准色谱图

### 2.3 标准曲线

精密称取干燥至恒重的安乃近对照品 27.0mg,至 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度。分别量取该溶液 0.30, 0.50, 0.70, 0.90, 1.10, 1.30ml, 各加入 200μl 内标液,用甲醇稀释到 100ml,混匀后高效液相色谱分析,测量药物与内标峰面积比( $\frac{A_s}{A_r}$ ),将  $A_s/A_r$ -C 线性回归,得回归方程式:  $\frac{A_s}{A_r} = 0.2049C - 0.04112$   $r = 0.9997 (n=6)$

即在 3.24~14.04μg/ml 范围内,  $A_s/A_r \sim C$  线性关系良好。

### 2.4 精密度试验

选择浓度为 3.24, 7.56, 14.04μg/ml 的安乃近溶液,同日内每隔三个小时,测定药物与内标峰面积比,计算得相对标准差,分别为 3.29%, 1.78% 和 1.52%。

### 2.5 系统适应性

分离度与理论板数 主药与内标分离度为 3.56,以扑热息痛计算理论板数  $n = 3269$ ,以安乃近计算理论板数  $n = 1900$ 。

校正因子 按中国药典(95 版二部)附录校正因子测定方法,测得校正因子  $f = 0.6247 \pm 0.0055$ ,  $RSD = 0.88\% (< 2\%)$ ,符合要求。

检测限 按峰高为基线噪音的三倍计,检测限为 1.5μg/ml。

### 2.6 回收率试验

精密称取干燥至恒重的安乃近对照品约 25mg,至 25ml 量瓶中,加入处方量辅料,加甲醇至刻度。过滤,取续滤液 1.0ml 至 100ml 量瓶中,加入 200μl 内标液,用甲醇稀释至刻度,混匀后高效液相色谱分析,按标准曲线计算含量,结果平均回收率为 99.3 ± 0.62% ( $n=5$ )。

试验表明,辅料基本上不影响含量测定。

### 2.7 样品测定

① 女, 27 岁, 讲师。

取自制安乃近片剂 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于安乃近 25mg)照 2.6 项操作,用标准曲线法计算含量,并与紫外法比较,结果见表 1。

表 1 两种分析方法测定结果( $\bar{X} \pm S, n=3$ )

| 批 号    | 安乃近标示量%           |                  |
|--------|-------------------|------------------|
|        | HPLC 法            | UV 法             |
| 940117 | 99.22 $\pm$ 0.38  | 100.1 $\pm$ 0.67 |
| 940118 | 100.08 $\pm$ 3.71 | 102.5 $\pm$ 1.13 |
| 940119 | 101.14 $\pm$ 1.57 | 100.6 $\pm$ 0.72 |
| 950406 | 99.64 $\pm$ 2.71  | 102.5 $\pm$ 1.19 |
| 950407 | 99.88 $\pm$ 3.05  | 102.1 $\pm$ 2.02 |

以上研究表明,该测定方法主药保留时间适宜,分离度好,可作为安乃近制剂的含量测定方法。

### 3 讨论

流动相(甲醇:水:三乙胺 40:60:0.025)不宜用于溶解样品,因样品在其中不稳定,故用甲醇溶解样品。

本文也曾考查了扑尔敏、非那西丁等作为内标测定安乃近含量的适应性,结果表明,无论是分离度还是保留时间,均以扑热息痛较好。

### 参 考 文 献

- 1 中国药典,95 版二部
- 2 马鸣晓,安乃近制剂的紫外分光光度法。药物分析杂志,1991,11(4):226
- 3 符云,安乃近滴鼻液含量测定方法的改进。中国药理学杂志,1991,26(2),98
- +4 沈向忠,紫外分光光度法测定制剂中安乃近含量,药物分析杂志,1989,9(6),366

收稿日期:1996—11—25