

HPLC 法测定安乃近片含量

施 芬 吴韶铭 陈向阳(金华 321000 浙江金华市药品检验所)

安乃近片具较显著的解热镇痛和消炎抗风湿作用,起效快而强,临床应用较多。药典法用滴定法测定其含量,但终点不敏锐,本文采用 HPLC,以 0.005mol/L 氢氧化四丁基胺(用水将 13.2ml 10% 氢氧化四丁基胺溶液稀释到 900ml,用 1mol/L 的磷酸调 pH 至 5.0,然后用水稀释至 1000ml,摇匀) - 乙腈(80:20)为流动相,外标法测定方法简便、快速,结果较为满意。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:Waters 高效液相色谱仪, μ BONAPAK™ C₁₈ 柱,510 型输液泵,490E 可变波长检测器,745 数据处理机,U6K 型进样阀。

1.2 试药和试剂:安乃近对照品(中国药品生物制品检定所),安乃近片(金华制药厂,批号:960706,970704 和 970808,),乙腈为色谱试剂。

2 色谱条件与参数

μ BONAPAK™ C₁₈柱,流动相:0.005mol/L 氢氧化四丁基胺(用水将 13.2ml 10% 氢氧化四丁基胺溶液稀释至 900ml,用 1mol/L 磷酸调至 pH5.0,然后用水稀释至 1000ml,摇匀) - 乙腈(80:20),检测波长 225nm,流速:1.5ml/min,灵敏度:0.5AUFS。

在此色谱条件下,柱效以安乃近计理论板数 $N = 1200$ 。

3 实验方法与结果

3.1 线性关系:精密称取安乃近对照品适量,用流动相溶解并稀释成每 1ml 含 10mg 的溶液作为对照品溶

液,精密量取上述溶液 0.5,1.0,1.5,2.0 和 2.5ml,分别置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,各进样 10 μ l 进行分析,结果安乃近峰面积与浓度呈良好的线性关系,回归方程为: $Y = 305789.9X - 6798.4$, $r = 0.9992$ 。结果表明,安乃近在 0.5 ~ 2.5mg/ml 浓度范围内,线性关系良好。

3.2 回收率实验:称取同一批号供试品细粉适量(约相当于安乃近 25mg),加入安乃近对照品约 25mg,置 25ml 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μ m 滤膜滤过,取滤液依法测定,结果平均回收率为 101.8% ($n = 5$),RSD 为 1.8%。

3.3 样品的测定:取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于安乃近 25mg),置 25ml 量瓶中,照回收率试验项下方法操作,所得结果与药典法比较,二者无显著差异,见表 1。

表 1 2 种测定方法的结果比较(%)

批 号	液相色谱法(%)	药典法(%)
960706	98.7	97.9
970704	97.7	96.9
970808	98.8	97.3

4 讨 论

流动相选择:曾选用甲醇 - 水系统,但出峰时间很短,峰形差,故改用对离子试剂氢氧化四丁基胺溶液 - 乙腈系统,结果峰形较好。