

高效液相色谱法测定阿昔洛韦注射液的含量

王洁云 汤朝晖(黄岩 318020 浙江济民制药有限公司)

摘要 目的:测定阿昔洛韦注射液的含量。方法:高效液相色谱法,色谱柱为 Shimpack CLC - ODS 柱,流动相为甲醇-水(1:9),紫外检测器 $\lambda = 252\text{nm}$ 。结果:最低检出限为 $0.2\mu\text{g}/\text{ml}$,线性范围 $5 \sim 50\mu\text{g}/\text{ml}$, $r = 0.9998$,平均回收率为 99.9%, $RSD = 1.13\%$ 。结论:方法简便、快速、准确。

关键词 HPLC;阿昔洛韦注射液;含量测定

Determination of acyclovir in injection by HPLC

Wang Jieyun (Wang JY), Tang Chaohui (Tang CH) (Zhejiang Chimin Pharmaceutical Co., Ltd, Huangyan

中国现代应用药学杂志 1999 年第 16 卷第 7 期

ABSTRACT OBJECTIVE: The assay method of acyclovir(ACV) in injection was by external standard. METHODS: Using a Shimpack CLC - ODS column, and the mobile phase was MEOH - H₂O(1:9), the ACV was quantified with UV detector at 252nm. RESULTS: The detector limit was 0.2μg/ml, and the linear rang was 5~50μg/ml, r = 0.9998. The recovery was above 99.9%, RSD = 1.13%. CONCLUSION: This method was found to be simple, quick and accurate.

KEY WORDS acyclovir, HPLC, assay

阿昔洛韦(Acyclovir)为化学合成的一种抗病毒药，属含嘌呤核的新抗病毒药。主要制剂的剂型有：片剂、滴眼剂、眼膏等。其含量测定方法有非水滴定法，紫外分光光度法。也有文献报导用高效液相色谱法测定阿昔洛韦的血药浓度，反相高效液相色谱法测定阿昔洛韦胶囊在人体内的药动学。本文用高效液相色谱法测定阿昔洛韦注射液的含量。并将其结果与紫外分光光度法进行比较，结果一致。

1 仪器和试药

日本岛津 LC - 10AT 泵；SPD - 10A 紫外分光光度检测器；浙江大学智能信息工程研究所 Upper 色谱数据工作站。

甲醇：色谱纯（黄岩化工实验厂）；阿昔洛韦对照品（浙江仙居制药股份有限公司，纯度 99.8%）；阿昔洛韦注射液样品（500ml:25g）均由本公司产品开发部、生产部提供。原料也由浙江仙居制药股份有限公司提供。

2 色谱条件的选择

色谱柱：Shimpack CLC - ODS (6mm × 15cm) 分析柱、Shimpack G - ODS 保护柱；流动相：甲醇 - 水(10:90)；流速：1ml/min；柱温为室温；检测波长为 252nm；检测灵敏度为 0.04AUFS；进样量：10μl，层析柱的理论塔板数按阿昔洛韦峰计算应大于 2000。此条件下的色谱图见图 1。

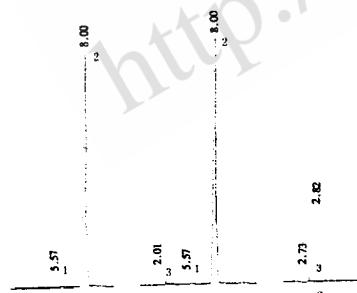


图 1 阿昔洛韦色谱

A - 阿昔洛韦对照品；B - 阿昔洛韦样品；C - 空白对照；1 - 鸟嘌呤杂质峰；2 - 阿昔洛韦峰；3 - 辅料杂质峰

3 实验方法

3.1 对照品溶液的配制：取阿昔洛韦对照品 50mg，精

密称定，加水稀释至 100ml，摇匀作为对照品贮备液；精密吸取 2ml 贮备液，加水稀释至 50ml，摇匀，即得对照品溶液(20μg/ml)。

3.2 线性范围：精密吸取对照品贮备液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0 和 5.0ml，分别置 50ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，各取 10μl，进入色谱仪，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，求得其回归方程为： $c = 5.487 \times 10^{-6} A - 0.154$, $r = 0.9998$ 。

3.3 回收率试验：精密量取已知准确含量的阿昔洛韦注射液至 50ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，取 10μl 进入色谱仪，按外标法以峰面积计算其含量，结果见表 1。

表 1 不同浓度下回收率测定结果

编号	加入量(mg)	回收量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)
1	0.5	0.4922	98.4	
2	0.7	0.7104	101.5	
3	1.0	1.0072	100.7	99.9 ± 1.13
4	1.25	1.2463	99.7	
5	1.5	1.4856	99.0	
6	2.5	2.5025	100.1	

4 样品测定

精密量取阿昔洛韦注射液适量（约相当于阿昔洛韦 1.0mg）置 50ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，取 10μl 进入色谱仪，另取阿昔洛韦对照品溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算含量。也可根据样品测得的峰面积，从标准曲线上直接算出样品浓度，从而计算其含量；同时用紫外分光光度法测定其含量，并将其结果与 HPLC 法进行比较，结果见表 2(n = 4)。

表 2 样品含量测定结果

批号	HPLC 法		UV 法	
	标示量(%)	RSD(%)	标示量(%)	RSD(%)
980917	107.0	1.12	106.2	1.02
980929	105.1	2.6	104.2	1.3
981009	105.2	0.56	104.0	0.36
981006	105.9	1.29	104.5	0.54
981014	106.3	0.53	105.0	0.72

5 讨论

5.1 本实验对流动相进行了甲醇 - 戊烷磺酸钠 - 醋酸钠、甲醇 - 醋酸钠、甲醇 - 水等一系列选择，以甲醇

- 水的流动相最为方便、易得,而且峰形也较好;甲醇
- 水的比例为 1:9 时,其系统的分离效果为最佳。

5.2 因为本文用外标法测定阿昔洛韦的含量,所以样品中辅料的杂质峰对结果没有影响。

5.3 本文用 HPLC 方法检测样品中阿昔洛韦的含量,精密度好,回收率高,操作便捷,是较为理想的测定方法。

参考文献

- 1 宋招弟.紫外分光光度法测定无环鸟苷软膏含量.衡阳医学院学报,1995,23(2):136.
- 2 周梅华,等.反相高效液相色谱法测定阿昔洛韦胶囊在人体内的药动学.中国医院药学杂志,1994,14(10):437.
- 3 贺蕊,等.HPLC 法测定阿昔洛韦的血药浓度.药学情报通讯,1994,12(3):52.
- 4 张驰.反相高效液相色谱法测定人血浆中阿昔洛韦浓度.药学学报,1993,(8):629.
- 5 徐勇.分光光度法测定无环鸟苷眼液含量.中国药学杂志,1991,(8):484.