

反相高效液相色谱法测定甲磺酸酚妥拉明片的含量

楼伟建 朱凤仙¹ (杭州 310016 邵逸夫医院药剂科;¹ 浙江省儿童医院药剂科)

摘要 目的:建立了反向高效液相色谱法测定甲磺酸酚妥拉明的含量的方法。方法:采用 Symmetry C18 硅烷键和硅胶柱,甲醇-水-冰醋酸-三乙胺(10:10:1:0.1)作为流动相,检测波长为 278nm,峰面积外标法测定。结果:平均回收率为 100.2%(n=11),日内、日间差分别为 0.7%和 0.8%,在 10~250 μ g 范围内线性关系良好($r=0.9999$)。结论:该法简便、准确,结果满意。
关键词 高效液相色谱法 甲磺酸酚妥拉明

Assay Phentolamine Mesylate tablets by RP - HPLC

Lou Weijian (Lou WJ) (Pharmacy of Sir Run Shaw Hospital Hangzhou 310016)

ABSTRACT **OBJECTIVE:**The RP - HPLC method was established to assay phentolamine mesylate tablets. **METHOD:**The RP - HPLC method was developed with the following conditions:column,C18(150 $\times$ 3.9mm,10 μ m);the mobile phase:methanol - water - acetic acid - triethylamine(10:10:1:0.1);the wavelength of the detector:278nm. **RESULTS:**The mean recovery of phentolamine was 100.2%.The within day and day - to - day of variations were 0.7% and 0.8%,yespectively The assay linearity was determined over the range of 10 - 250 μ g($u=0.9999$). **CONCLUSION:**The method was simple and accurate with satisfactory results

KEY WORDS phentolamine mesylate tablets HPLC

甲磺酸酚妥拉明为 α 肾上腺素受体阻滞药,临床上应用比较广泛,特别是近来由于其治疗阳痿作用而受到关注。片剂辅料干扰紫外分光光度法测定,因此原质量标准参考美国药典该品种项下的注射剂,采用比色法测定含量^[2],但该方法操作烦琐、费事。本文建立 RP - HPLC 法测定甲磺酸酚妥拉明的含量,方法简便、快速、专属性强。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

日本岛津 LC - 10AT 高效液相色谱仪,SPD - M10A 二级管阵列检测器,Class - VP 工作站。甲醇为色谱纯;其余试剂为分析纯。甲磺酸酚妥拉明片(浙江万马医药研究开发中心);甲磺酸酚妥拉明对照品(浙江省药品检验所)。

1.2 色谱条件

色谱柱为 Symmetry C18 柱(150 $\times$ 3.9mm,10 μ m);甲醇-水-醋酸-三乙胺(10:10:1:0.1)作为流动相;流速:1 ml/min;检测波长:278nm。按甲磺酸酚妥拉明计算理论柱效不少于 5000,拖尾因子为 1.0,该色谱满足样品测定条件。

1.3 供试品溶液制备

取本品 20 片,精密测定,研细,精密称取适量(约相当于含甲磺酸酚妥拉明 25mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,超声 5 分钟使溶解后稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 5.0ml 于另一 50ml 量瓶,用水稀释至刻度,作为供试品溶液。另精密称取 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的甲磺酸酚妥拉明对照品适量,加水稀释至每毫升含甲磺酸酚妥拉明约为 25 μ g 的溶液作为对照品溶液。

1.4 线性范围和最低检出限

精密称取甲磺酸酚妥拉明对照品 100mg,置于 100ml 量瓶中,加水溶解并定容得 1mg/ml 的对照品贮备液。精密量取 1.0 2.0 3.0 5.0 10.0 25.0ml 的对照品贮备液,分别置于 100ml 量瓶中,用水稀释到刻度,进样 20 μ l,结果峰面积 A 与浓度 C 进行线性回归,得标准曲线方程: $A=2.62 \times 10^7 C + 1.14 \times 10^5$ $r=0.9999$ 。结果表明,甲磺酸酚妥拉明在 10 - 250 μ g 范围内线性关系良好。在该液相色谱分离条件下,最低定量限度为 10ng。

1.5 回收率试验

按甲磺酸酚妥拉明片的处方,精密称取对照品及其他辅

料制成模拟片粉,照 1.3 项下方法稀释成每 1 ml 约含 20 μ g、25 μ g、30 μ g 的低浓度(80 %n=3)、中浓度(100 %n=5)、高浓度(120 %n=3)溶液,照 1.2 项下的色谱条件测定,结果平均回收率为 100.2 % (n=11)。

1.6 精密度试验

照 1.3 项下方法制备供试品溶液,照 1.2 项下的色谱条件分别测定日内与日间差,结果日内差与日间差相对标准偏差分别为 0.7 %和 0.8 % (n=5)。

1.7 空白试剂

空白辅料按回收率试验操作,结果空白辅料不干扰样品测定,见图 1。

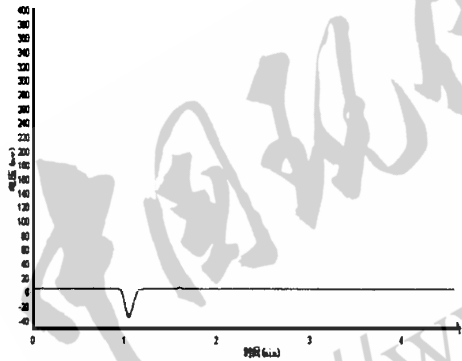


图 1 空白对照色谱图

1.8 样品测定

分别精密吸取 1.2 项下制备的供试品溶液与对照品溶液各 20 μ l,按上述色谱条件,分别注入色谱仪测定,以外标法峰面积计算含量,结果与比色法测定值比较,见表 1 和图 2。

2 讨论

本文建立的 RP-HPLC 测定甲磺酸酚妥拉明片中甲磺酸酚妥拉明的含量具有简便、快速、结果准确可靠的优点。若采用英国药典方法^[3]在 278 nm 波长处测定,发现辅料有

表 1 甲磺酸酚妥拉明片含量测定结果比较

批 号	HPLC 法/ %	比色法/ %
990301	103.7	104.5
990302	103.2	104.0
990303	96.9	96.9

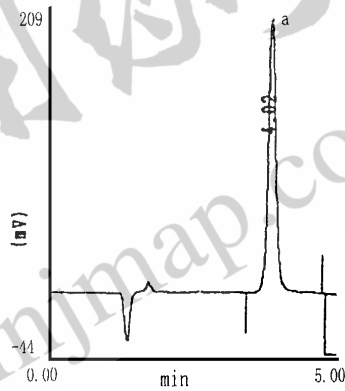


图 2 甲磺酸酚妥拉明片的高效液相色谱图

3 %的正误差。比色法不仅要经过烦琐的提取分离处理,而且也发现辅料对测定结果有轻微干扰(小于 0.5 %)。

流动相的 PH 严重影响色谱峰的拖尾,当 PH 为 5 时,拖尾因子 T 为 1.5。因此用醋酸调节酸度,并用三乙胺作为扫尾剂,得到理想的色谱峰。

参考文献

- 1 陈新谦,金有豫主编.新编药理学(14 版).北京:人民卫生出版社,1997:234
- 2 UWP(23 版):1209
- 3 BP,1998,第二卷(上册):1870