

RP-HPLC 法测定盐酸帕罗西汀片的含量

叶显撑 王洪泉 吴 涓 蔡玉凤(上海 200065 同济大学附属同济医院药剂科)

摘要 目的: 建立测定盐酸帕罗西汀片中盐酸帕罗西汀含量的反相高效液相色谱法。方法: 采用 CLS- ODS 柱(150 mm× 6. 0 mm I. D), 甲醇- pH 4. 5 0. 05 mol/L 醋酸钠缓冲液(65: 35)为流动相, 用紫外检测器于 295 nm 波长处检测。结果: 平均回收率为 100. 5%, RSD 为 0. 82%, n= 5。线性范围为 0. 10~ 0. 50 mg/mL($r=0. 9999$)。结论: 本法具有简便、快速、准确、可靠等优点, 可用于盐酸帕罗西汀片剂和原料的含量测定。

关键词 反相高效液相色谱法; 盐酸帕罗西汀片; 帕罗西汀

Determination of paroxetine hydrochloride tablets by RP-HPLC

Ye Xiancheng, Wang Hongquan, Wu Juan, Cai Yufeng (Department of Pharmacy, Tongji Hospital of Tongji University, Shanghai 200065)

ABSTRACT Objective: To establish a RP-HPLC method for the determination of paroxetine hydrochloride in its tablets. **Methods:** Paroxetine hydrochloride can be separated on CLC-ODS column with a mixture of methanol and pH 4. 5 0. 05 mol/L sodium acetate buffer (65: 35) as mobile phase and detected at 295 nm. The flow rate was 1. 5 mL/min. **Results:** The standard curve was linear between 0. 10 mg/mL and 0. 50 mg/mL and the correlation coefficient was 0. 9999. The average recovery and relative standard deviation were 100. 5% and 0. 82% respectively. **Conclusion:** The method for the determination of paroxetine hydrochloride in its pharmaceutical substances and tablets is simple, rapid, accurate and reliable.

KEY WORDS RP-HPLC; paroxetine hydrochloride tablet; paroxetine

帕罗西汀是高效、高选择性的 5-羟色胺再摄取抑制剂, 属第三代抗抑郁药, 疗效确切, 安全性高, 不良反应少^[1]。国内已有其片剂生产和使用, 但作者未见其含量测定方法报道。本文参考有关文献^[2,3]拟定了反相高效液相色谱法(RP-HPLC)测定盐酸帕罗西汀片中盐酸帕罗西汀的含量, 操作简便快捷, 结果准确可靠。

1 仪器和试剂

LC- 9A 高效液相色谱仪, 附有 SPD- 6AV UV 检测器, C- R4A 数据积分仪(日本岛津); 盐酸帕罗西汀对照品(含量 99. 7%), 盐酸帕罗西汀片均由中美天津史克制药有限公司提供; 其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2. 1 色谱条件 色谱柱: CLC-ODS, 150 mm× 6. 0 mm I. D, 不锈钢柱(日本岛津); 柱温: 室温; 流动相: 甲醇- pH 4. 5 0. 05 mol/L 醋酸钠缓冲液(65: 35); 流速: 1. 5 mL/min; 检测波长: 295 nm; 检测灵敏度: 0. 02 AUFS; 进样 20 μ L。在本实验条件下基线平稳, 对照品及样品色谱峰良好, 空白辅料对测定无干扰。色谱图见图 1。

2. 2 方法学考察

2. 2. 1 标准曲线的制备 取盐酸帕罗西汀对照品 100 mg, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相超声溶解并稀释至刻度, 摇匀, 使之成为 1. 0 mg/mL 的储备液, 4℃ 遮光保存备用。精密量取此储备液 1. 0、2. 0、3. 0、4. 0、5. 0 mL 分置 5 只 10 mL 容量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得标准液。

分别取 20 μ L 进样分析。以盐酸帕罗西汀的峰面积为纵坐标, 浓度(mg/mL)为横坐标作图, 求回归方程。结果表明, 盐酸帕罗西汀的浓度(C)在 0. 10~ 0. 50 mg/mL 的范围内与其峰面积(A)呈良好的线性关系。回归方程为:

$$A = 4. 051 \times 10^3 + 5. 088 \times 10^5 C \quad r = 0. 9999$$

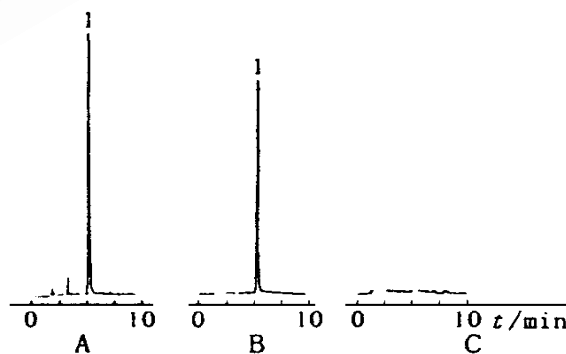


图 1 色谱图

A. 盐酸帕罗西汀 B. 盐酸帕罗西汀片 C. 空白辅料 1. 盐酸帕罗西汀(5. 4 min)

2. 2. 2 重复性试验 照“样品测定”项下方法配制一批盐酸帕罗西汀片的供试液 5 份, 依法测定, 结果证明方法重复性良好, 峰面积的 RSD 为 0. 64%。

2. 2. 3 色谱系统精密性与对照品溶液稳定性试验 取“标准曲线的制备”项下的高、中、低标准液, 分别在 24 h 内连续测定 5 次, 计算日内误差; 另取上述高、中、低标准液各 5 份,

在 5 d 内连续测定 5 次, 计算日间误差。结果证明色谱系统精密密度与对照品溶液稳定性良好, 峰面积的 RSD(n= 5) 日内为 0. 27~ 0. 64%; 日间为 0. 52% ~ 1. 74%。

2. 2. 4 加样回收率试验 精密称取已知盐酸帕罗西汀含量的同一批样品 5 份, 分别加入精密称定的盐酸帕罗西汀对照品适量, 按相当于盐酸帕罗西汀 22 mg 取样, 照“样品测定”项下方法测定, 计算回收率。结果见表 1。

2. 3 样品测定 取盐酸帕罗西汀片(商品名: 赛乐特)10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(相当于盐酸帕罗西汀 22

表 1 回收率试验结果

样品中含 盐酸帕罗 西汀量(mg)	加入盐酸 帕罗西汀 量(mg)	测得盐酸 帕罗西汀 量(mg)	回收率 (%)	回收率 均值(%)	RSD (%)
11. 16	11. 12	22. 21	99. 7		
11. 07	11. 32	22. 59	100. 9		
11. 09	11. 24	22. 28	99. 8	100. 5	0. 82
10. 98	11. 17	22. 52	101. 6		
11. 24	11. 03	22. 35	100. 5		

表 2 样品测定结果 (n= 3)

批号	盐酸帕罗西汀含量/%	RSD(%)
00030589	99. 8	1. 07
00070455	101. 2	1. 21
00070511	100. 1	0. 49

注: 含量为标示量/%

mg) 置 100 mL 量瓶中, 加流动相超声溶解并稀释至刻度, 摇匀。过滤, 取续滤液进样分析, 计算每片含盐酸帕罗西汀的量, 结果见表 2。

3 讨论

3. 1 文献报道^[2,3]盐酸帕罗西汀液浓度低于 0. 10 mg/mL 时仅在 24 h 内稳定。而本实验中的盐酸帕罗西汀储备液及标准液于 4℃ 遮光保存, 可分别备用 2 周及 1 周, 不必每天新鲜配制。

3. 2 本文用反相高效液相色谱法测定盐酸帕罗西汀的含量, 具有操作简便、快速, 结果准确、可靠的优点, 可用于制剂的含量测定和质量控制。

参考文献

- 1 叶显撑, 王洪泉. 选择性 5-羟色胺再摄取抑制剂与药物的相互作用. 中国医院药学杂志, 1998, 18(9): 416.
- 2 Martin A and HANS-Dieter Dierdorf. Determination of paroxetine in human plasma, using high-performance liquid chromatography with fluorescence detection. J Chromatogr B Biomed Appl, 1987, 419: 438.
- 3 Ram N Gupta. Column liquid chromatographic determination of paroxetine in human serum using solid-phase extraction. J Chromatogr B Biomed Appl, 1994, 661: 362.

收稿日期: 2000- 06- 07