

高效液相色谱法测定盖世龙片中马来酸伊索拉定的含量

沙吉达(福州 350001 福建省药检所)

摘要 目的:运用高效液相色谱法测定马来酸伊索拉定的含量。方法:以甲醇作溶剂,选用 LiChrospher 100RP-18e(5 μ m) 为色谱柱,乙腈-水-冰醋酸(250:750:3)为流动相,检测波长为 250nm。结果:马来酸伊索拉定在 10.0~250.0 μ g $\cdot$ ml⁻¹ 的浓度范围内呈良好的线性关系($r=0.99999$),平均回收率为 100.5%,RSD=1.49%($n=6$)。结论:本法快速、简便、准确。
关键词 HPLC;盖世龙片;马来酸伊索拉定

Determination of Irsogladine Maleate in Gaslon N Tablets by HPLC

Sha Ji da(Fujian Provincial Insititute For Drug Control, Fuzhou 350001)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** A HPLC method was estalished for the determination of IrsogladineMaleate. **METHOD:** The analytical column was Lichrospher 100RP-18e (5 μ m). The mobile phase was consisted of ocetonitrile-purified water-glacial acetic acid(250:750:3). The detection wavelength was at 250nm. **RESULTS:** The calibration curve was linear in the range of Irsogladine Maleate from10.0~250.0 μ g $\cdot$ mL⁻¹($r=0.99999$). The average recovery was 100.5%, with RSD of 1.49%($n=6$). **CONCLUSION:** The method is simple、rapid、accurate.
KEY WORDS HPLC, Gaslon N Tablets, Irsogladine Maleate

盖世龙片的主要成分为马来酸伊索拉定(Irsogladine),是粘膜防御性胃炎,胃溃疡的治疗剂,具有广泛的应用和较好的疗效。其含量测定按日本药局方标准规定检测,溶剂为二甲氧乙醇,该试剂在我国没有生产,需要进口。本法用甲醇作为替代溶剂,用高效液相法测定其含量,结果快速,准确可行。

1 仪器与试药

HP1050 型高效液相色谱仪(包括 515 泵、717 自动进样器、486 检测器、730 数据处理器);马来酸伊索拉定对照品(厦门鱼肝油厂提供);样品:盖世龙片(厦门鱼肝油厂)规格:2mg/片,批号:980314、980317、980318;乙腈为色谱纯;甲醇、冰醋酸均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱:LiChrospher 100RP-18e(5 μ m),流动相:乙腈-水-冰醋酸(250:750:3)

流速:1.0ml $\cdot$ min⁻¹,检测波长:250nm,进样量:10.0 μ L

3 方法与结果

3.1 线性关系

精密称取马来酸伊索拉定对照品约 25mg 置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。精密量取上述溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、16.0、25.0ml 分别置于 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度。分别进样 10 μ L,记录色谱图。以马来酸伊索拉定峰面积为纵坐标,浓度(μ g/ml)为横坐标的标准曲线回归方程: $Y=266901.2X-177.4$, $r=0.9999$ 。结果表明,在浓度为 10 μ g/ml~250 μ g/ml 的范围内,呈良好的线性关系。

3.2 精密度及稳定性试验

取含量测定项下配制成的供试溶液于日内不同时间和日间进行测定,结果日内 RSD=0.98%、 $n=5$,日间 RSD=1.16% $n=5$ 。结果表明本系统稳定性较好。

3.3 加样回收实验

分别精密称取 10mg 马来酸伊索拉定对照品 6 份,分别置 100ml 容量瓶中,每份精密加入已知含量的盖世龙片样品粉末适量(含马来酸伊索拉定 10mg),超声助溶 20min,放至室温,加甲醇稀释至 50ml,滤过,照"样品含量测定"项下操作,结果见表 1。

3.5 样品测定

精密称取马来酸伊索拉定对照品适量,加甲醇稀释成 200 μ g $\cdot$ ml⁻¹,作为对照品溶液。精密称取样品的细粉适量(约含马来酸伊索拉定 20mg)于 50ml 容量瓶中,加甲醇适量,超声 20min 助溶,放至室温,加甲醇稀释至刻度,滤过,精密量取 5mL,用甲醇稀释至 10mL,作为样品溶液。

对照品与样品溶液分别进样 10 μ L,按上述色谱条件测定,结果见图 1。本法与原日本药局方方法比较。结果见表 2

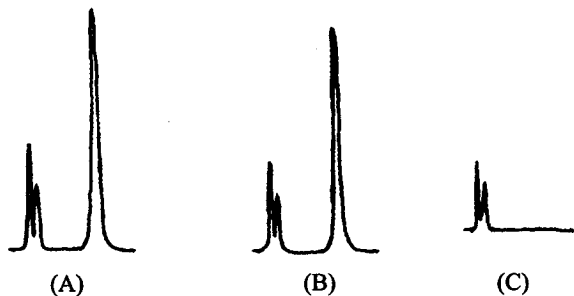


图 1 马来酸伊索拉定及盖世龙片 HPLC 色谱图

1 主成分峰 A 马来酸伊索拉定对照品 B 样品 C 溶剂

表 1 回收率实验结果

试样号	样品量 (mg)	对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
1	10 .28	10 .54	20 .96	100 .7		
2	10 .93	10 .92	21 .38	97 .8		
3	11 .06	10 .46	21 .64	100 .6	100 .5	1 .49 %
4	10 .53	10 .98	22 .03	102 .4		
5	10 .87	11 .12	22 .21	101 .0		
6	11 .25	11 .65	23 .04	100 .6		

表 2 样品测定结果

批号	本法含量 %	RSD %	用二甲氧乙醇作溶剂 %	RSD %
980314	100 .1	1 .27	103 .5	1 .23
980317	103 .4	0 .48	104 .6	0 .27
980318	99 .6	0 .85	105 .8	0 .60

4 讨论

4.1 样品溶液的处理 超声振荡 20 min 可使粉末中马来酸

伊索拉定全部溶解,稀释至刻度后过滤,除去不溶性辅料,以排除干扰。

4.2 溶剂的选择 从表 2 可见本法与日本药局方标准二甲氧乙醇作为溶剂测定结果比较无显著的差异。

4.3 溶剂峰的确认 按含量测定项下条件,取作为溶剂的甲醇 10 μ L 进样,结果见图 1 (C),说明色谱图中前面的峰应为溶剂峰。

参考文献

- 1 张黎明,张铨英,唐惠兰等.国产马来酸伊索拉定的抗胃溃疡作用.中国药理学通报,98,14(6):573.
- 2 王泽民.当代结构药物全集.第一版.北京:科学技术出版社,1993:5424.
- 3 中国药典,2000 年版 II 部,附录 32.

收稿日期:2001 - 05 - 08