

高效液相色谱法测定烟酸占替诺氯化钠注射液的含量

毛颐晴,张玲,李纬(南京市药品检验所,江苏 南京 210015)

摘要:目的 采用高效液相色谱法测定尼可占替诺(烟酸占替诺)氯化钠注射液中烟酸占替诺的含量。方法 色谱柱为 Shim-Pack CLC- ODS C_{18} 柱,流动相为甲醇-水-冰醋酸(10: 90: 0.1);检测波长为 268 nm。结果 烟酸占替诺在 $30.06 \sim 300.56 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内浓度与峰面积呈良好的线性关系, ($r = 0.999\ 95$), 平均回收率为 99.9%, RSD 为 0.5% ($n = 9$)。结论 方法准确可靠,可作为该制剂的定量分析方法。

关键词: 高效液相色谱; 烟酸占替诺; 含量测定

中图分类号: R917.701; R927.2

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2004)06-0508-02

Determination of xanthinol nicotinate in xanthinol nicotinate injection by HPLC

MAO Yi-qin, ZHANG Ling, LI Wei(Nanjin Institute for Drug Control, Nanjin 210015, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine xanthinol nicotinate in xanthinol nicotinate injection by HPLC. **METHOD** Chromatographic conditions included Shim-Pack CLC- ODS C_{18} (150 mm $\times$ 4.6 mm, $5 \mu\text{m}$) and the mobile phase consisting of a mixture of methyl alcohol-water-glacial acetic acid (10: 90: 0.1). Detection wavelength was at 268 nm. The flow rate was $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. **RESULTS** The calibration curve was linear over the range of $30.06 \sim 300.56 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r = 0.99995$). The average recovery was 99.9%. **CONCLUSION** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS: HPLC; xanthinol nicotinate; determination

尼可占替诺又名烟酸占替诺,为血管扩张剂,并有促进细胞新陈代谢,调血脂及溶栓的作用,对治疗急性期脑血管缺血疾病和治疗脑血管疾病后慢性脑功能障碍均有显著疗效。对于烟酸占替诺原料及其制剂的分析方法的报道很少,中国药典(2000年版 2002年增补本)采用紫外分光光度法测定烟酸占替诺的含量^[1],还有荷移分光光度法的报道^[2]。本实验采用高效液相色谱法测定烟酸占替诺注射液中烟酸占替诺的含量,并将测定结果与紫外分光光度法进行了对照,结果表明该法准确、快速,专属性强。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 色谱系统, LC-10ATvp 泵, SPD-10Avp 紫外检测器; CR-6A 数据处理器。烟酸占替诺对照品及样品均由厂家提供。甲醇为色谱级,其余均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱:岛津 Shim-Pack CLC- ODS C_{18} 柱(150 mm $\times$ 4.6 mm, $5 \mu\text{m}$), 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(10: 90: 0.1), 流速: $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, 检测波长为 268 nm。柱温为室温,理论板数按占替诺峰计应不低于 1 000,烟酸和占替诺峰分离度应符合要求,进样量: $20 \mu\text{L}$ 。

3 实验方法与结果

3.1 线性关系考察

取烟酸占替诺对照品约 75 mg,精密称定,置 100 mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、10.0 mL 分置于 6 个 25 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,在上述色谱条件下,各取 $20 \mu\text{L}$,注入高效液相色谱仪中,记录色谱图。以烟酸、占替诺两峰面积之和(A)为

纵坐标,烟酸占替诺溶液浓度(C) 为横坐标,求得烟酸占替诺回归方程为 $A = 734.954 C - 883.738$, $r = 0.999\ 95$ 。

结果表明在 $30.056 \sim 300.560 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内线性良好。

3.2 回收率试验

分别精密称取对照品 0.12,0.15,0.18g,按处方配比加入其余试剂配制模拟供试品溶液。精密量取 2 mL 加流动相稀释至 50 mL,摇匀。取 20 μL 注入高效液相色谱仪中,测定含量,计算回收率,结果平均回收率为 99.9%,RSD% = 0.5%($n = 9$)。

3.3 辅料干扰试验

按处方配制空白样品,按含量测定方法项下操作,记录色谱图。结果未见色谱峰,说明辅料不干扰测定。

3.4 精密度试验

取同 1 份对照品溶液重复进样 5 次,结果峰面积积分值的 RSD = 0.5%。

3.5 重现性试验

按含量测定项下的方法,取同一批样品 5 份进行测定,求得含量的 RSD = 0.6%($n = 5$)

表 1 样品的含量测定结果(%, $n = 4$)

Tab 1 The derermination results of samples(%, $n = 4$)		
批号	烟酸占替诺含量	烟酸含量
20020223	101.8(0.61)	28.3(0.60)
20020224	101.6(0.93)	28.5(0.94)
20020225	101.5(0.62)	28.7(0.62)

注:括号内为 RSD 值

Note: The values in the brackets were RSD

3.6 样品测定

取烟酸占替诺对照品约 12 mg,精密称定,置 100 mL 量瓶

中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密量取样品 2 mL,置 50 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作供试品溶液。取对照品、供试品溶液各 20 μL ,注入高效液相色谱仪中,按外标法分别以烟酸峰面积与烟酸、占替诺两峰面积和计算烟酸与烟酸占替诺的含量,结果见表 1。

3.7 方法比较

取 3 批样品分别用本实验方法和中国药典(2000 年版 2002 年增补本)方法测定,结果见表 2。

表 2 本实验方法与药典方法比较

Tab 2 The results of two methods		
批号	药典法	本法
20020223	100.9	101.8
20020224	101.2	101.6
20020225	101.1	101.5

4 讨论

4.1 烟酸占替诺的化学名称为 7-[2-羟基-3-(2-羟乙基-甲基)茶碱]的烟酸盐,是烟酸与占替诺 1:1 成盐的分子结构物,采用本法同时可以测定烟酸占烟酸占替诺的比例,对制剂中烟酸与占替诺的比例进行控制。

4.2 流动相的选择:流动相选用甲醇-水系统时,烟酸和占替诺两峰峰形较宽。选用甲醇-水-磷酸系统,两峰合并为一个峰,而选用甲醇-水-冰醋酸系统时两峰峰形及分离效果更好。

参考文献

[1] 中国药典[S].2000.2002 年增补本:67
[2] 赵桂芝,李华侃.荷移分光光度法测定尼可占替诺[J].药物分析杂志,2002,22(1):32.