

HPLC 测定甲磺酸帕珠沙星注射液的含量

王巧文¹, 沈春英², 杨敬荣^{3*} (1.杭州市西湖区红十字会医院, 杭州 310006; 2.上海闵行区中心医院, 上海 201100; 3.中国药科大学分析测试中心, 南京 210009)

摘要: 目的 建立甲磺酸帕珠沙星注射液含量测定的高效液相色谱方法。方法 采用 Alltima C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 以柠檬酸溶液-乙腈-甲醇(84:16:2)为流动相, 流速 1.0 mL·min⁻¹。检测波长 243 nm。结果 线性范围为 1.423~22.768 μg·mL⁻¹, $r=0.999\ 5$, 平均回收率($n=9$)为 99.73%, RSD 为 0.69%。结论 该法准确、简便, 适用于甲磺酸帕珠沙星注射液的含量测定。

关键词: 甲磺酸帕珠沙星; 注射液; 含量测定; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2010)13-1215-02

Determination of Pazufloxacin Mesilate Injection by HPLC

WANG Qiaowen¹, SHEN Chunying², YANG Jingrong^{3*} (1.Red Cross Hospital of Hangzhou West District, Hangzhou 310006, China; 2.Shanghai Minhang District Central Hospital, Shanghai 201100, China; 3.Center for Instrumental Analysis China Pharmaceutical University, Nanjing 210009, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for assay of pazufloxacin mesilate injection. **METHODS** The analysis was carried out on Alltima C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm). The mobile phase was citric acid solution acetonitrile methanol (84:16:2), wave length was 243 nm and flow rate 1.0 mL·min⁻¹. **RESULTS** The liner range of pazufloxacin mesilate was 1.423~22.768 μg·mL⁻¹, $r=0.999\ 5$. The average recovery ($n=9$) was 99.73%, RSD=0.69%. **CONCLUSION** The method is simple, accurate and can be used for determination of pazufloxacin mesilate injection.

KEY WORDS: pazufloxacin mesilate; injection; determination; HPLC

采用高效液相色谱法测定甲磺酸帕珠沙星注射液的含量^[1], 该法准确, 灵敏、分离效果好、专属性强, 为制剂含量测定的首选方法。经试验, 本品中辅料不干扰主成分的测定。高、中、低 3 种不同浓度 9 份平均回收率为 99.73%, RSD=0.69%。试验结果较为满意。

1 仪器与试剂

LC-10ATVP 泵; SPD-10AVP 紫外检测器; C-R6A, CHROMTOPAC 积分仪(日本岛津)。

甲磺酸帕珠沙星对照品(南京澳新医药科技, 批号: 010723, 含量: 99.79%); 甲磺酸帕珠沙星注射液(南京澳新医药科技和江苏连水制药有限公司, 批号: 011105, 011108, 规格: 2 mL:0.15 g); 乙腈为色谱纯(美国 Tedia AS-1122); 柠檬酸为分析纯(南京化学试剂厂); 水为二次重蒸馏水; 甲醇为特级纯(淮阴汉邦)。

2 方法与结果^[2]

2.1 色谱条件的选择

为了使杂质有效地检出并与甲磺酸帕珠沙星

主峰分离, 筛选了数种流动相组合和不同牌号的色谱柱, 最后建立的色谱条件为: Alltima C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm)色谱柱; 以 0.01 mol·L⁻¹ 柠檬酸溶液-乙腈-甲醇(84:16:2), 用三乙胺调节 pH=4.0±0.1 为流动相, 检测波长 243 nm, 进样量为 20 μL。理论板数按甲磺酸帕珠沙星计算应不低于 8 000, 重复进样, 其 RSD 应小于 2.0%。

2.2 标准曲线的绘制

取对照品适量, 加流动相制成每 1 mL 中含 1.423, 2.846, 5.692, 8.538, 11.384, 14.230, 17.076 和 22.768 μg 的溶液, 分别精密量取 20 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 量取峰面积。以 X 为溶液浓度(μg·mL⁻¹), Y 为峰面积, 进行线性回归, 求得回归方程为: $Y=-0.118\ 58+1.469\ 6\times 10^{-4}X$ ($r=0.999\ 5$, $n=8$)。试验结果表明甲磺酸帕珠沙星在 1.423~22.768 μg·mL⁻¹ 浓度内, 线性相关性较好。

2.3 回收率试验

依据本品处方及工艺, 精密称取甲磺酸帕珠沙星对照品适量, 制成甲磺酸帕珠沙星注射液的

作者简介: 王巧文, 女, 主管药师 Tel: 13868138561 E-mail: WQW561@MSN.COM *通讯作者: 杨敬荣, 女, 实验师 Tel: 13951871781 E-mail: nqgygs@yahoo.com.cn

模拟样品。为了考察方法的可行性，取不同量的模拟注射液，制备高、中、低 3 种浓度 9 份样品，按照标准曲线项下，进行回收率试验，记录色谱图，按外标法以峰面积计算含量。回收率试验结果，见表 1。

表 1 回收率试验结果

Tab 1 Recovery tests

编号	加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	测得量/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	含量/ %	平均值/ %	RSD/ %
低浓度	1	12.520	12.492	99.78	0.69
	2	12.520	12.370	98.80	
	3	12.520	12.378	98.87	
中浓度	4	16.038	16.150	100.70	
	5	16.038	16.102	100.40	
	6	16.038	16.118	100.50	
高浓度	7	18.592	18.508	99.55	
	8	18.592	18.506	99.53	
	9	18.592	18.486	99.42	

2.4 样品测定

2.4.1 对照品溶液的制备 取经 105℃干燥至恒重甲磺酸帕珠沙星对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1 mL 中约含帕珠沙星 12 μg 的溶液，作为对照品溶液。见图 1(A)。

2.4.2 供试品溶液的制备 精密量取本品适量，加流动相制成每 1 mL 中约含帕珠沙星 12 μg 的溶液，作为供试品溶液。见图 1(B)。

2.4.3 含量测定 分别精密量取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL 注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算。结果见表 2。

表 2 同批样品的含量测定结果

Tab 2 Results of the same batch of sample content determination

编号	含量/%	平均值	RSD/%
1	101.7	101.1	0.39
2	101.0		
3	100.7		
4	100.9		
5	101.3		

2.5 稳定性考察

取供试品溶液分别于 0, 1, 2, 4, 8 h 进样测定，结果峰面积 RSD 为 0.24%，表明供试品溶液在 8 h 内稳定。

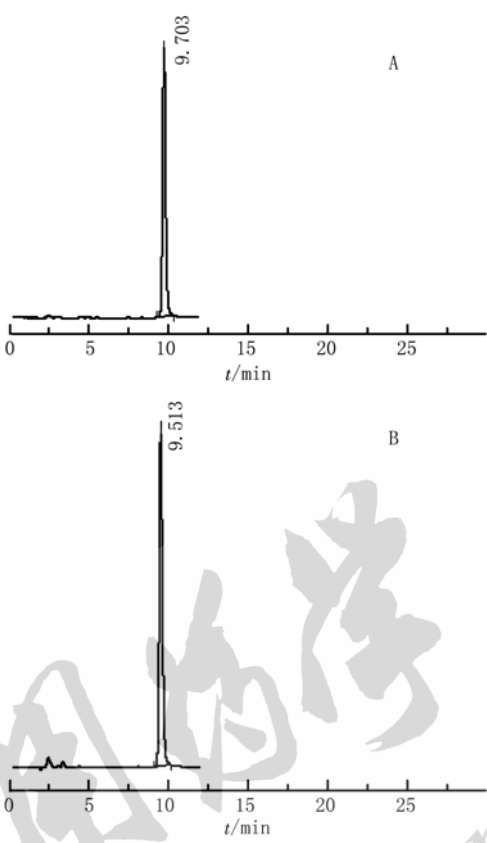


图 1 对照品(A)和样品(B)的液相色谱图

3 讨论

取对照品适量，加流动相制成每 1 mL 中含 8 μg 的溶液，照紫外分光光度法，从 200~400 nm 进行扫描，结果在 243 nm 处有最大吸收，检测灵敏度高。

本品随着 pH 的变化保留时间也随着变化，分离度也不同，经试验 pH=4.0 时，主成分的保留时间和分离度达到中国药典的要求。

按照处方配比，取辅料适量，制成测定溶液，取 20 μL 注入液相色谱仪，记录色谱图。试验结果表明，在上述色谱条件下，辅料不干扰主药的含量测定。

参考文献

[1] 安登魁. 药物分析[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986.
[2] Ch.P(2010) Vol II (中国药典 2010 年版. 二部) [S]. 2010: 742, 759.

收稿日期: 2010-04-28