

HPLC 法测定阿魏酸钠注射液含量

冯光玲, 邓丽¹, 石海英

(山东省医药工业研究所, 山东 济南 250100; 1. 无锡市妇幼保健医院, 江苏 无锡 214002)

摘要:目的 应用高效液相色谱法测定阿魏酸钠注射液含量。方法 本品采用 Phenomenex 色谱柱(250mm×4.6mm, 5 μ m), 甲醇-水-冰乙酸(69:30:1.5)为流动相, 流速为 1.0mL·min⁻¹, 检测波长为 322nm。结果 阿魏酸钠在 0.07196~0.86352mg·mL⁻¹ 范围内峰面积与进样量呈良好的线性关系, $r=0.9999$ 。结论 该分析方法结果准确, 重复性好, 可用于阿魏酸钠注射液的质量控制。

关键词:阿魏酸钠注射液 高效液相色谱法 含量测定

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1672-7738(2008)09-0532-02

Determination of Ferulate Sodium Injection by HPLC

FENG Guang-ling, DENG Li¹, SHI Hai-ying

(Shandong Institute of Pharmaceutical Industry, Ji'nan, 250100; 1. Wuxi Women and Children Hospital and Health Institute, Wuxi 214002)

ABSTRACT:OBJECTIVE An HPLC method was developed for determination of ferulate sodium in Ferulate Sodium Injection. **METHODS** Column was Phenomenex C₁₈ (250mm×4.6mm 5 μ m), the mobile phase was methanol-water-glacial acetic acid(69:30:1.5) and detection wavelength was 322nm, the flow rate was 1.0mL·min⁻¹. **RESULTS** The linear range was from 0.07196 to 0.86352mg·mL⁻¹ and $r=0.9999$. **CONCLUSION** The method was accurate and had good reproducibilities. It can be used for the quality control of Ferulate Sodium Injection.

KEY WORDS: Ferulate Sodium Injection; HPLC; determination

阿魏酸钠有抗血栓形成、抗炎、止痛、调解人体免疫功能的作用, 通过研究, 本文采用定量准确、专属性强的 HPLC 法用于本品的含量测定, 获得满意结果。

1 药品与试剂

阿魏酸钠对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 773-9405), 阿魏酸钠注射液(山东省医药工业研究所, 批号: 20071021, 规格: 0.1g), 甲醇为色谱纯, 水为纯净水, 冰乙酸为分析纯。

2 仪器与色谱条件

Waters996 二级管阵列检测器, Waters600 泵, Waters600 控制, Waters717 自动进样器; Waters Millennium 工作站。Phenomenex 色谱柱(250mm×4.6mm, 5 μ m), 流动相: 甲醇-水-冰乙酸(69:30:1.5), 流速: 1.0mL·min⁻¹, 检测波长为 322nm。

3 方法与结果^[1]

3.1 对照品溶液的制备 阿魏酸钠对照品贮备液的制备: 精密称取对照品 70mg, 置 10mL 量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用。

阿魏酸钠对照品溶液: 分别精密量取对照品贮备液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1.0、1.1、1.2mL 于 10mL 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 制成对照品溶液 I、II、III、IV、V、VI、VII、VIII、IX、X、XI、XII。

3.2 供试品溶液的制备 精密量取供试品(相当于阿魏酸钠 70mg), 于 10mL 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1mL, 至 10mL 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

3.3 线性关系考察 精密量取对照品溶液 10 μ L, 注入高效液相色谱仪, 测得峰面积, 结果见表 1。

表 1

阿魏酸钠标准曲线表

C(mg·mL ⁻¹)	0.07196	0.14392	0.21588	0.28784	0.35980	0.43176
A	2190262	5206024	8419998	11721601	14767732	17615450
C(mg·mL ⁻¹)	0.50372	0.57568	0.64764	0.71960	0.79156	0.86352
A	20779325	24140968	27336614	30311202	33418784	36165804

以峰面积为纵坐标, 标准品的浓度为横坐标进行线性回归, 得回归方程: $Y=43256494X-893312$, 相关系数 $r=$

0.9999。

结果表明: 浓度在 0.07196~0.86352mg·mL⁻¹ 之间与

峰面积呈良好的线性关系。

3.4 定量限的测定 取阿魏酸钠对照品适量,用流动相配制成浓度为每 1mL 中含 35 μ g 的溶液,再分别稀释 10、100 倍,按上述色谱条件进样测定,测得最小检出量为 3.5ng(S/N $\geq$ 10)。试验结果证明,该方法灵敏度高,可以充分满足含量检查的要求。

3.5 精密度试验 精密量取对照品溶液 X 10 μ L,连续进样 6 针,测得峰面积分别为:32011538, 32171712, 32252304, 32380412, 32460966, 32609409, RSD=0.66%,实验结果显示精密度良好。

3.6 稳定性试验 将供试品溶液在 0~6h 内进样 7 次(0h, 1h, 2h, 3h, 4h, 5h, 6h)测得峰面积分别为:29207389, 29512966, 29707942, 29974970, 30193835, 30427449, 30375246, RSD = 1.53%,实验结果显示,供试品溶液在 6h 内稳定性良好。

3.7 样品测定 精密量取对照品溶液 X 和供试品溶液各 10 μ L,注入高效液相色谱仪,测得峰面积,按外标法计算含量,

结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

样品	n	含量(%)	RSD(%)
1	4	100.01	0.35
2	4	99.46	0.37
3	4	98.37	0.48

3.8 回收率测定 取已测得含量的阿魏酸钠注射液三份,在供试品溶液第二步稀释时加入对照品贮备液 1mL(相当于阿魏酸钠 0.7196mg),同法操作,测定峰面积,计算回收率;测得平均回收率 99.8%。

4 讨论

本文建立了阿魏酸钠注射液中阿魏酸钠 HPLC 测定法,该法准确度高,专属性强,线性范围宽,保留时间适中。

参考文献

[1]《中国药典》2005 年版(二部)。北京:化学工业出版社,2005:301~302。

阿仑膦酸钠片溶出方法的研究

赵爱丽,李晓强

(山东省医药工业研究所,山东 济南 250100)

摘要:目的 建立阿仑膦酸钠片溶出度的测定方法。方法 以水 100mL 为溶出介质,转速 75r $\cdot$ min $^{-1}$,检测波长 710nm。结果 阿仑膦酸钠浓度在 3.79~30.34 μ g $\cdot$ mL $^{-1}$ 范围内与吸光度呈良好线性关系, $r=0.9999$;方法的平均回收率为 98.6%。结论 该方法操作简便、准确,可用于该片溶出度的测定。

关键词:阿仑膦酸钠片 溶出度

中图分类号:R927.1 文献标识码:A 文章编号:1672-7738(2008)09-0533-02

Studies on dissolution of Alendronate Sodium Tablets

ZHAO Ai-li, LI Xiao-qiang

(Shandong Institute of Pharmaceutical Industry, Ji'nan 250100)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish a method of dissolution of Alendronate Sodium Tablets. **METHODS** Using 100mL water as the dissolution medium, the rotational speed is 75r $\cdot$ min $^{-1}$, detection wavelength was 710nm. **RESULTS** A good linear relationship was obtained in the Alendronate Sodium concentration of 3.79~30.34 μ g $\cdot$ mL $^{-1}$, $r=0.9999$. The average recovery is 98.6%. **CONCLUSION** The proposed method was simple and accurate, and can be used for the determination of dissolution of Alendronate Sodium Tablets.

KEY WORDS: Alendronate Sodium Tablets; dissolution

阿仑膦酸钠片用于治疗绝经后妇女的骨质疏松症,预防髋部和脊髓骨折(脊骨压缩性骨折)。建立了紫外-可见分光光度法以测定阿仑膦酸钠片的溶出度。

1 仪器与试剂

RCZ-8B 药物溶出仪, RZQ-8A 溶出仪自动取样器, RDB-8A 蠕动泵, UV-2201 紫外-可见分光光度计(日本

岛津),阿仑膦酸钠片(自制三批,批号:071011、071013、071015,规格 10mg),过硫酸铵、钼酸铵、对氨基酚硫酸盐、醋酸钠等试剂为分析纯。

2 溶出度测定的方法学研究

2.1 溶剂的选择 阿仑膦酸钠在水中略溶,在热水中溶解,故选用水为溶出介质。