

高效液相色谱法测定盐酸奈福泮缓释片的含量

冯淑华¹, 张庆伟², 庞淑婉² (1. 北京联合大学生物化工学院, 北京 100023; 2. 天津医科大学药学院, 天津 200070)

摘要:目的 建立盐酸奈福泮(1)缓释片含量的方法;方法 采用反相 HPLC法,用 ODS C₁₈ (250mm ×4.6mm, 5μm)色谱柱进行测定;结果 以甲醇-0.3%磷酸水溶液(45:55)为流动相,检测波长为 215nm, (1)在 2.0~64.0μg/mL 范围内呈良好的线性关系($r=0.9996$);平均回收率为 99.67%, RSD=0.29%;结论 采用反相 HPLC测定盐酸奈福泮缓释片含量,方法简便,灵敏度高,可作为(1)缓释片的质量控制方法。

关键词:盐酸奈福泮;高效液相色谱;缓释

中图分类号:R917.799.1 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2006)09-0904-02

Determination of Nefopam Hydrochloride Sustained-release tablets by HPLC

FENG Shu-hua¹, ZHANG Qing-wei², PANG Shu-wan² (1. Beijing Union University Biochemical Engineering College, Beijing 100023, China; 2. School of pharmacy, Tianjin Medical University, Tianjin 300070, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish A method for the determination of content of nefopam hydrochloride (1) sustained-release tablets; **METHODS** The HPLC was used with ODS C₁₈ (250mm ×4.6mm, 5μm); **RESULTS** Methanol-0.3% phosphoric acid (45:55) was used as mobile phase, the standard curve of (1) was linear in the concentration rang of 2.0~64.0μg/mL ($r=0.9996$). The average recoveries was 99.67%, RSD=0.29%; **CONCLUSION** The HPLC is a convenient and delicate method with which the content of(1) was determined.

KEY WORDS: nefopam hydrochloride; HPLC; Sustained-release

盐酸奈福泮(nefopam hydrochloride, 1)是一种新型的非成瘾性强效镇痛药^[1],对中、重度疼痛有效。其作用与阿片受体无关,无成瘾性,对呼吸、循环系统等无作用,无耐受性和依赖性。用于术后止痛、癌瘤痛、急性外伤痛。亦用于急性胃炎、胆道蛔虫症、输尿管结石等内脏平滑肌绞痛。盐酸奈福泮普通制剂口服后在 15~30 min 内可迅速吸收,生物半衰期约 4 h,一般每日口服三次,每次 20mg, 2005 版中国药典只收录了其普通制剂(片剂和注射剂),为方便用药和保持血药浓度的平稳,将其研制成缓释制剂,使其能在较长时间内保持有效、平稳的血药浓度,提高病人的依从性。笔者建立了以 HPLC 测定自制盐酸奈福泮缓释片含量的方法。

1 仪器与药品

Waters 高效液相色谱仪,包括 515 压输液泵系统,2487 型紫外检测器,Millennium³² 色谱工作站。UV-240 紫外分光光度仪型(日本岛津公司);1 原药(吉林辽源制药二厂);1 缓释片(自制);1 对照品(中国生物制品检定所)。

2 方法及结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Disonsil(TM)钻石 ODS-C₁₈柱(250mm ×4.6mm, 5μm);流动相:甲醇-0.3%磷酸水溶液(用三乙胺调节

pH 至 3.0)(45:55);检测波长 215nm;流速 1mL/min;柱温 30;进样量 20μL;保留时间 9min。

2.2 干扰性试验

按处方比例配制 1 缓释片的空白辅料溶液,在 190~400nm 范围扫描,显示辅料此范围内无吸收,对 1 的测定不产生干扰。

2.3 线性试验

精密称取干燥至恒重的 1 对照品 12.5mg,用重蒸馏水定容至 100mL,摇匀,制得 125μg/mL 的储备液。从中分别精密吸取 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4, 12.8mL 定容至 25mL,摇匀,分别制得 2.00, 4.00, 8.00, 16.00, 32.00, 64.00μg/mL 的溶液。用 0.45μ 微孔滤膜过滤,在上述 HPLC 条件下测定,回归方程为 $A = 7.75 \times 10^4 C + 5.09 \times 10^4$; $r = 0.9996$;表明在蒸馏水中盐酸平痛新在 2.00~64.00μg/mL 的范围内浓度与吸收值具有良好的线性关系。

2.4 稳定性与精密度

取对照品溶液,分别在 0、1、2、3、4、8、12 h 测定,在得峰面积 RSD=0.45%,表明 1 在 12h 内稳定。

取对照品溶液,一日内连续进样 6 次,测得, RSD = 0.29% ($n = 6$)。

作者简介:冯淑华(1958),女,硕士,教授,从事药物制剂和天然药物研究与开发。Tel:010-87734275,13521468506 E-mail: fsh58@163.com

2.5 回收率试验

按处方配制辅料溶液,按比处方加入1对照品(相当于标示量的80%、100%和120%)溶液,定容,摇匀、过滤,取续滤液测定。计算平均回收率为99.67%,RSD=0.29%。

2.6 样品测定

随机抽取待测样品20片,研细,精密称取适量粉末,置50mL量瓶中加入适量溶剂超声10min,定容,过滤,取续滤液和对照品溶液进行测定。按外标法计算含量(标示量%)97.16%,RSD=0.57%(n=6)。

3 讨论

3.1 文献采用非水滴定法、紫外分光光度法测定盐酸奈福泮含量,但灵敏度低,操作复杂,还可能受其他辅料或添加剂的干扰^[3]。本实验建立的方法简便,稳定,不受辅料的影响。

3.2 流动相中加入三乙胺作扫尾试剂,可以改善峰形、提高分离效能;同时三乙胺还起到调节pH值的作用,避免流动相因酸性过大而损害色谱柱。

3.3 文献报道^[1]HPLC测定盐酸奈福泮含量所用的流动相为乙腈,本实验改用甲醇,大大降低了毒性和成本,且效果好。

3.4 文献报道^[1]HPLC测定盐酸奈福泮含量所用的流动相含离子对试剂,本实验用甲醇与含磷酸水的混合液为流动相,不仅避免了离子对试剂对色谱柱的损害,而且大大降低了成本。

参考文献

- [1] 谢林,张晓楠,严铭娟. HPLC法测定生物样品中盐酸奈福泮的含量[J]. 中国药科大学学报, 2000, 31(5): 365-367.
- [2] 陈新谦,金有豫,汤光主编. 新编药理学[M]. 第15版. 北京: 人民卫生出版社, 2003: 176.
- [3] 陆兵,石庭森. 酸性染料法测定盐酸平痛新含量[J]. 药学分析杂志, 1995, 15(1): 54-55.

收稿日期: 2005-04-19

分光光度法测定呋喃西林乳膏的含量

裴志良¹, 房桂珍², 张淼¹ (1. 河北省药品检验所, 石家庄 050011; 2. 河北医科大学制药厂, 石家庄 050011)

摘要:目的 为准确测定呋喃西林乳膏的含量。方法 采用分光光度法测定乳膏中呋喃西林的含量,测定波长为 $367 \pm 1\text{nm}$, $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 值法。结果 呋喃西林的回收率为100.7%,RSD为0.68%。结论 本法简便,结果可靠,可作为该制剂质量控制标准。

关键词:分光光度法;呋喃西林;乳膏;含量测定

中图分类号: R917.795.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)09-0905-03

Determination of Nitrofurazone in cream by spectrophotometry

PEI Zhi-liang, FANG Gui-zhen, ZHANG Miao (Hebei Institute for Drug Control, Shijiazhuang 050011)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the content of Nitrofurazone in Cream accurately. **METHODS** The nitrofurazone content was determined by spectrophotometry at $367 \pm 1\text{nm}$ wavelengths, specific extinction coefficient. **RESULTS** The average recovery for nitrofurazone was 100.7%, RSD = 0.68%. **CONCLUSION** The method was simple and result was reliable. It can be used for the quality control.

KEY WORDS: spectrophotometry; nitrofurazone; cream; determination of content

呋喃西林乳膏为寒冷地区冬季冻伤和冻疮的良好治疗药物。对二度冻伤及一度烧伤和一般皮肤感染也有一定疗效。呋喃西林原料收载于卫生部药品标准^[1]。乳膏收载于国家药品标准^[2],含量测定方法为 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 值法。我们在检验中发现,呋喃西林乳膏的含量测定方法操作繁琐,而且有的生产厂家的产品在提取时,正庚烷与乙醇两液体很难分层。另外,呋喃西林的乙醇溶液最大吸收波长不在 $375 \pm 1\text{nm}$ 波长处。为此,我们对含量测定方法进行了修改,并测定了呋喃西林在乙醇溶液中的 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 值,结果比较满意。

1 仪器与试剂

1 仪器与试剂

U-3210紫外分光光度计(岛津),电子天平(感量0.01mg, METILE200)。

呋喃西林原料(苏州第五制药厂提供);呋喃西林乳膏、辅料均为河北利康制药有限公司提供;乙醇(95%)等试剂均为分析纯。

2 方法与结果

作者简介:裴志良,女,48岁。1982年毕业于河北大学生物系微生物及生物化学专业,理学学士,副主任药师。