

HPLC 法测定氨苄西林钠可溶性粉中 氨苄西林的含量

孔晓锋

(新疆兽药饲料监察所, 新疆乌鲁木齐 830063)

[收稿日期] 2003-12-15 [文献标识码] B [文章编号] 1002-1280(2004)07-0012-02 [中图分类号] R927.2

[摘要] 采用 HPLC 法测定氨苄西林钠可溶性粉中氨苄西林的含量。色谱柱为 Waters spherical C₁₈(3.9 mm×150 mm, 5 μm), 流动相为水-乙腈-1 mol/L 磷酸二氢钾溶液-1 mol/L 醋酸溶液(90930101, V/V), 检测波长 254 nm, 流速 1.0 mL/min, 柱温 30 ℃, 保留时间约 4.5 min。氨苄西林在 0.25~2.0 mg/mL 范围内具有良好的线性关系($r=0.9999$), 平均回收率 99.6%, RSD 为 0.3%。

[关键词] 氨苄西林钠可溶性粉; 氨苄西林; 高效液相色谱法

氨苄西林钠可溶性粉主要成分为氨苄西林钠, 耐酸、耐酶、吸收完全。该药具有广谱抗菌作用, 用于对青霉素敏感的革兰氏阳性球菌和革兰氏阴性菌感染, 可用于治疗肺炎、支气管炎、肠胃炎、白痢、霍乱、伤寒及皮肤感染等。本试验考察了国家标准^[1,2]中氨苄西林钠的含量测定方法——HPLC 法是否适用于氨苄西林钠可溶性粉中氨苄西林的含量测定, 结果证实方法可行。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪为 Agilent 1100 系列, VWD 紫外检测器; 氨苄西林三水物对照品, 含量 85.6%, 批号 410-9803, 由中国药品生物制品检定所提供; 氨苄西林钠原粉, 含量 85.2%, 批号 20030506, 由北京美森格瑞特有限公司提供; 氨苄西林钠可溶性粉, 规格为 10%, 批号分别为 20030928、20030929、20030930, 由乌鲁木齐市水区方正兽药厂提供。乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Waters spherical C₁₈ 柱(3.9 mm×150 mm, 5 μm), 流动相为水-乙腈-1 mol/L 磷酸二氢钾溶液-1 mol/L 醋酸溶液(90930101, V/V), 检测波长 254 nm, 柱温 30 ℃, 流速 1.0 mL/min。

2.2 色谱行为与系统适应性试验 精密称取氨苄西

林钠可溶性粉适量, 用流动相溶解制成每 1 mL 中约含 1 mg 的溶液, 作为供试品溶液; 另取氨苄西林对照品 25 mg, 精密称定, 照文献^[2]方法配制对照品溶液。按上述色谱条件, 各进样 20 μL, 测得 HPLC 图谱(图 1)。理论板数为 1 250, 保留时间约为 4.5 min。

2.3 线性关系的考察 精密称取氨苄西林对照品 125 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加稀释液适量, 超声处理使溶解后, 再用稀释液稀释至刻度, 摇匀。分别吸取 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 用稀释液稀释至刻度, 即得含量为 0.25、0.5、1.0、1.5、2.0 mg/mL 的溶液, 分别进样 20 μL, 以峰面积(S)对浓度(C)回归, 两者呈良好的线性关系。回归方程为: $S=826.29C+218.33$, $r=0.9999$ 。

2.4 稳定性试验 取同一供试品溶液, 测定 5 次, 每次间隔 1 h, $RSD=1.1\%$, 表明供试品溶液在 4 h 内稳定。结果见表 1。

表 1 稳定性试验结果

测定时间/h	供试品峰面积	峰面积平均值	RSD/%
1	1 036.01	1 031.48	1.1
2	1 031.76		
3	1 026.03		
4	1 017.01		
5	1 046.60		

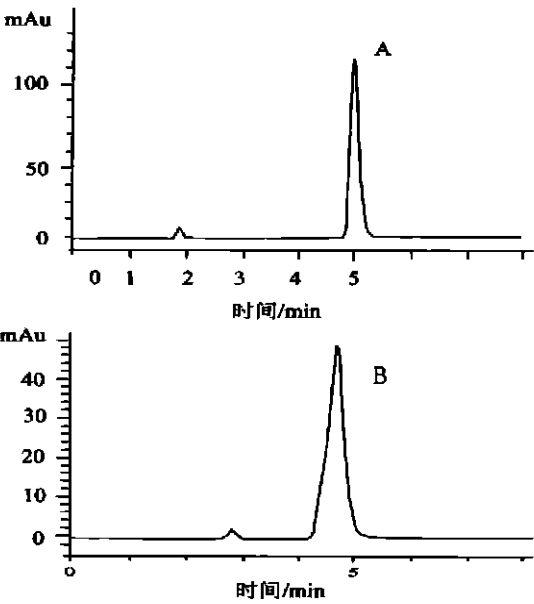


图1 氨苄西林钠对照品(A)和供试品(B)的色谱图

按 2. 1 项下色谱条件测定回收率, 结果见表 4。

表 3 重复性试验结果

序号	含量占标示量百分比/ %	平均值/ %	RSD/ %
1	100. 2	100. 1	0. 4
2	100. 4		
3	99. 8		
4	100. 5		
5	99. 7		

表 4 回收率实验结果(n = 5)

序号	投入量/ g	测得量/ g	回收率/ %	平均回收率/ %	RSD/ %
1	0. 101 0	0. 100 4	99. 41	99. 60	0. 3
2	0. 101 2	0. 100 3	99. 11		
3	0. 101 4	0. 101 2	99. 80		
4	0. 101 8	0. 101 8	100. 00		
5	0. 101 1	0. 100 8	99. 70		

2. 8 供试品测定 按 2. 2 项下方法测定, 测定结果见表 5。

表 5 供试品测定结果

批 号	含量占标示量百分比/ %	RSD/ %
20030928	100. 4	1. 5
20030929	100. 7	1. 2
20030930	99. 9	1. 1

3 结 论

氨苄西林钠原料药含量测定的 HPLC 法完全适用于检测氨苄西林钠可溶性粉中氨苄西林钠的含量, 方法简便快捷, 结果准确。该法能有效地控制药剂的质量。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 二部 2000 年版[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 717- 719.
[2] 中国兽药典委员会. 中华人民共和国兽药典 一部 2000 年版[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 192- 194.

Determination of ampicillin content in ampicillin sodium soluble powder by HPLC

KONG Xiao-feng

(Xinjiang Institute of Veterinary Drug and Feed Control, Ulumuqi, Xingjiang 830063; China)

Abstract: A high performance liquid chromatographic method was reported for the quantitative determination of ampicillin in ampicillin sodium soluble powder, using Waters spherical C₁₈ column(3. 9 mm×150 mm, 5 μm) and water acetonitrile-1mol/ L potassium dihydrogen phosphate solution-1 mol/ L acetic acid solution(90/ 9/ 1, V/ V) as a mobile phase with the wavelength at 254 nm. The flow rate was 1. 0 mL/ min and the column temperature was kept at 30 ℃. The retention time was about 4. 5 min. Ampicillin was quantitatively determined in range of 0. 25~ 2. 0 mg/ mL. The calibration curve was in good linearity(r = 0. 999 9). The average recovery was 99. 6% with RSD = 0. 3%. This method can be used to control the quality of ampicillin sodium soluble powder.

Key words: ampicillin sodium soluble powder; high performance liquid chromatography(HPLC)