

表1 樟脑回收率试验结果

序号	投入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	3.216 6	3.235 1	100.6		
2	2.814 6	2.782 8	98.9		
3	2.412 5	2.458 9	101.9	100.06	1.29
4	2.010 4	2.013 2	100.1		
5	1.608 3	1.589 4	98.8		

表2 样品测定结果

批号	樟脑含量%(g/mL)	标示量(%)
030519	0.985	98.5
030625	1.013	101.3
030712	1.008	100.8

2.4 重现性和稳定性试验 取标准曲线项下的樟脑溶液(2.84 mg/mL),在292 nm波长处连续测定吸收度,RSD为0.3%(n=5)。测定溶液分别于室温下0、6、12、18、24h测定,吸收度基本无变化,RSD为0.3%。

2.5 样品测定 精密吸取样品液7.0 mL,置25 mL量瓶中,加液状石蜡至刻度,摇匀。按标准曲线制备项下的方法测定,即可计算出浓度,结果见表2。

3 讨论

用乙醇从液状石蜡中提取樟脑,不能提取完全,而用液状石蜡直接稀释后测定样品,方法简便、快速、准确。樟脑的含量是否可用HPLC等方法测定,有待以后进一步探讨。

致谢:本文得到陆珠英主任药师的悉心指导。

参考文献:

- [1] 中国药学会上海分会.上海市医院制剂手册[M].第3版.上海:上海科学技术出版社,1995:338.
- [2] 中华人民共和国卫生部药政局.中国医院制剂手册[M].第2版.北京:中国医药科技出版社,1995:166.

收稿日期:2003-09-15

离子对反相高效液相色谱法测定氢溴酸东莨菪碱注射液的含量

赵平鸽(义乌市人民医院,浙江 义乌 322000)

摘要 目的:建立离子对反相高效液相色谱法测定氢溴酸东莨菪碱注射液的含量。方法:流动相为甲醇20mmol/L庚烷磺酸钠溶液-冰醋酸(50:50:2),流速0.9mL/min,ZORBAX SB-C₁₈色谱柱(4.6×250mm,5μm),检测波长225nm。结果:线性范围为0.1~0.5mg/mL(r=0.9998),平均回收率为101.15%,RSD为1.58%。结论:本法简便、快速,结果准确,适用于氢溴酸东莨菪碱注射液的质量控制。

关键词 氢溴酸东莨菪碱注射液;离子对反相高效液相色谱法

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2004)03-0165-02

Determination of scopolamine hydrobromide injection by ion-pair RP-HPLC

ZHAO Ping-ge(Yiwu People's Hospital, Zhejiang Yiwu 322000, China)

ABSTRACT Objective: To establish a method to determinate scopolamine hydrobromide injection by ion-pair RP-HPLC. **Methods:** The mobile phase of methanol-20mmol/L sodium heptanesulfonate solution-acetic acid (50:50:2) and ZORBAX SB-C₁₈ column (4.6×250mm, 5μm) was used, the flow rate was 0.9mL/min and the detect wavelength was 225nm. **Results:** The linear range of scopolamine hydrobromide was 0.1~0.5mg/mL (r=0.9999). The average recovery was 100.15%, RSD was 1.58%. **Conclusion:** The method was simple, rapid and accurate. It can be used to control the quality of scopolamine hydrobromide injection.

KEY WORDS scopolamine hydrobromide injection; ion-pair RP-HPLC

氢溴酸东莨菪碱属莨菪碱类生物碱,是一种常用的抗胆碱药,其注射液的含量测定采用经典的酸性染料比色法^[1],该法操作比较繁琐,影响因素

多^[2],溶剂毒性大。本文建立了离子对反相高效液相色谱法测定氢溴酸东莨菪碱注射液含量的方法,可大大简化分析步骤,结果比较满意。

1 仪器与试药

Agilent 1100 高效液相色谱系统(包括四元梯度泵、紫外检测器、Agilent 1100 LC 化学工作站)。

氢溴酸东莨菪碱对照品(中国药品生物制品检定所);氢溴酸东莨菪碱注射液(上海禾丰制药有限公司);甲醇(色谱纯),其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 ZORBAX SB-C₁₈ 柱(4.6 × 250mm, 5μm);流动相:甲醇-20mmol/L 庚烷磺酸钠溶液-冰醋酸(50:50:2),流速 0.9mL/min,检测波长:225nm,柱温:30℃,进样量:20μL。

2.2 线性范围考察 精密称取氢溴酸东莨菪碱对照品 25mg,置 25mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,得对照品贮备液。精密量取对照品贮备液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL,置 10mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。吸取上述溶液,分别进样 20μL,以浓度 X(mg/mL)为横坐标,峰面积 Y 为纵坐标,得回归方程分别为: $Y = 2441.2X + 0.9$, $r = 0.9999$,线性范围为 0.1~0.5mg/mL。

2.3 精密度和稳定性 取浓度为 0.3mg/mL 的氢溴酸东莨菪碱对照品溶液,连续进样 6 次,测定氢溴酸东莨菪碱的峰面积,计算得 $RSD = 0.56\%$ 。另取“2.6”项下的供试品溶液,分别于 0、3、6、9、24h 进样测定,氢溴酸东莨菪碱峰面积的 $RSD = 1.07\%$,表明样品 24h 内稳定。

2.4 重现性试验 取同一批号(020901)样品,按样品测定项下方法重复测定 5 次,得其平均含量为:98.6%, RSD 为 0.88%。

2.5 样品测定 精密称取氢溴酸东莨菪碱对照品适量,加水溶解并制成每 1mL 中含 0.3mg 的溶液,作为对照品溶液。精密量取供试品适量,加水制成每 1mL 中含 0.3mg 的溶液,作为供试品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 20μL 分别注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,结果见表 1。色谱图见图 1。

表 1 样品测定结果(标示量%, $n = 3$)

批号	本法		药典法	
	标示量(%)	RSD(%)	标示量(%)	RSD(%)
020901	97.6	0.8	96.5	0.9
020904	98.1	0.9	97.0	0.8
0306121	97.8	0.8	96.7	0.9

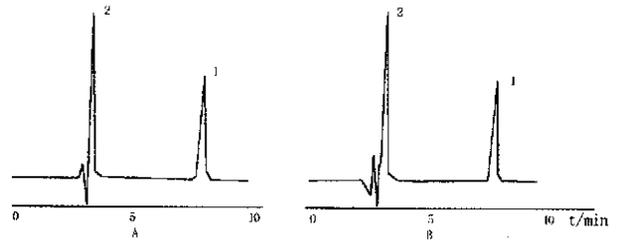


图 1 对照品(A)和样品(B)色谱图

1-氢溴酸东莨菪碱 2-溶剂峰

2.6 加样回收率试验 精密量已知含量的供试品适量,置 10mL 量瓶中,分别精密加入对照品贮备液适量(配制成药相当于对照溶液浓度 80%、100%、120% 的浓度),各 3 份,加水稀释至刻度,摇匀。精密量取 20μL 进样测定,取 3 次测定的平均值计算回收率。结果见表 2。

表 2 回收率试验结果($n = 3$)

加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
2.024	2.059	101.70		
2.530	2.054	100.57	101.15	1.58
3.036	3.072	101.19		

3 讨论

3.1 流动相的选择 氢溴酸东莨菪碱在水溶液易解离成东莨菪碱阳离子,本测定中选用庚烷磺酸钠作离子对试剂,曾尝试用不同比例的乙腈-庚烷磺酸钠溶液-冰醋酸,甲醇-庚烷磺酸钠溶液-冰醋酸作流动相,发现后者的分离效果较好,最终确立甲醇-庚烷磺酸钠溶液-冰醋酸的比例为 50:50:2。

3.2 检测波长的选择 氢溴酸东莨菪碱的水溶液在小于 230nm 的波长处有较强的紫外吸收,可用于测定,故选择 225nm 为测定波长。

3.3 与药典法相比 本法操作简便,准确度高,精密度好,具有较好的实际应用价值。

参考文献:

- [1] 中国药典 2000 年版[S]. 二部. 2000: 489.
- [2] 安登魁,张正行,盛龙生. 药物分析[M]. 济南: 济南出版社, 1992, 1200.

收稿日期:2004-01-10