

至刻度,照样品测定项下操作,计算回收率,平均回收率为98.5%,RSD为0.5%(n=5)。

3.4 精密度实验

取同一样品溶液重复5次注入色谱仪,记录色谱图,计算峰面积的RSD为1.0%。

3.5 样品测定

精密称取样品适量(约相当于诺氟沙星25mg)置100ml容量瓶,用0.1mol/L HCl 4ml振摇溶解后用水稀释至刻度,摇匀,过滤,精密取续滤液5ml置50ml容量瓶,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得样品溶液。另精密称取诺氟沙星对照品约25mg置100ml容量瓶,用0.1mol/L HCl 4ml振摇溶解后用水稀释至刻度,摇匀,精密取此溶液5ml置50ml容量瓶,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液,分别取上述2种溶液各20μl进样,以外标法计算样品的含量,结果见表1。

表1 诺氟沙星胶囊含量测定结果(n=3)

批号	标示量%	RSD%
000812	108.6	1.5
0005016	106.5	0.1
0010018	104.3	0.2
010211	95.10	0.2
0006021	101.8	0.6

4 讨论

诺氟沙星的理化性质较为特殊,要求流动相的

pH值较低,曾按中国药典2000年版中诺氟沙星的流动相0.025mol/L H₃PO₄(用三乙胺调pH至3.0±0.1):乙腈(87:13)以及比例为(85:15)和(80:20)测定,效果均不理想。

有文献报道三乙胺浓度对诺氟沙星峰形影响较大,三乙胺浓度降低时,诺氟沙星峰形变宽,三乙胺浓度增大,诺氟沙星峰形变锐^[3],故采用药典方法配制磷酸-三乙胺缓冲液,增大三乙胺的浓度。

流动相开始选择磷酸-三乙胺缓冲液:水(60:40),此时诺氟沙星峰形还稍拖尾,后加入一定比例的乙腈,减少水的比例,增加了溶剂的洗脱能力。最后采用磷酸-三乙胺缓冲液:水:乙腈(60:30:10)测定,取得了满意的效果。

本实验方法能在6min内测定诺氟沙星的含量,并且方法的重现性好,专属性强,结果准确可靠。

参考文献:

[1] 钟化人,才宝琴,李青翠,等.诺氟沙星的有关物质的检测与考察[J].药物分析,1993,13(1):27.
 [2] 陈珊珊,王雪琴,郭华,等.反相离子对HPLC法测定诺氟沙星胶囊的含量[J].中国药学杂志,1995,(12):753.
 [3] 李丙阳,王承,宁铁兵,等.HPLC法测定血浆中诺氟沙星[J].药物分析,1998,18(5):323.
 [4] 中国药典[S],2000版二部.2000:755.

收稿日期:2001-09-28

HPLC法测定盐酸氯胺酮控释片中盐酸氯胺酮的含量

张秀荣¹,林天慕¹,王雅君¹,魏旭²,车君²(1.第四军医大学吉林军医学院,吉林132013;2.吉林市药品检验所,吉林132000)

摘要 目的:建立盐酸氯胺酮控释片中盐酸氯胺酮的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法,以C₁₈为固定相,乙腈-水(30:70)为流动相,检测波长为269nm。结果:盐酸氯胺酮在31~310μg·mL⁻¹范围内,其峰面积值与浓度具有良好的线性关系(r=0.9991),该方法平均回收率为97.4%。RSD为0.66%(n=5)。结论:该方法简便易行,精密度高、可做为该制剂的质量控制方法。

关键词:高效液相色谱法;盐酸氯胺酮;含量测定

中图分类号:R927.2 文章标识码:A 文章编号:1006-0111(2002)02-0099-03

Determination of the content of sustained-release ketamine hydrochloride tablets by high-performance liquid chromatography

ZHANG Xiu-rong¹, LIN Tian-mu¹, WANG Ya-jun¹, WEI Xu², CHE Jun², (1. Military Medical College of Jilin, Fourth Military Medical University, Jilin 132013 China; 2. Jilin Institute for Drug Control, Jilin 132000)

China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method of the content of sustained release ketamine hydrochloride tablets. **METHODS:** HPLC method was used with C18 column as stationary phase and acetonitrile-water (70 : 30) as mobile phase. The detection wavelength was 269nm. **RESULTS:** The calibration curve is linear in the range of 31~ 310 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ for ketamine hydrochloride. The average recovery was 97.4% with RSD of 0.66% ($n=5$). **CONCLUSION:** The method is simple, reliable, accurate and can be used for the determination of the content of sustained³/release ketamine hydrochloride tablets.

KEY WORDS high performance liquid chromatography; ketamine hydrochloride; determination of content

盐酸氯胺酮口服镇痛效果显著,经动物实验证明长期服用安全^[1]。为使患者服药方便且能达到延长药效的目的,研制了盐酸氯胺酮控释片。现将本品中盐酸氯胺酮的含量测定方法报道如下:

1 仪器与试剂

LC-6A 高效液相色谱仪, SPD-6AV 紫外检测器, C-R3A 数据处理器(日本岛津制作所); 超生波振荡器 SB5200(上海必能信超生有限公司); 盐酸氯胺酮(注射用原料药,北京制药厂), 乙腈(色谱纯), 盐酸氯胺酮控释片(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

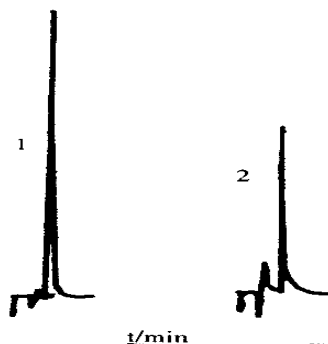


图1 盐酸氯胺酮 HPLC 色谱图

1- 盐酸氯胺酮对照品; 2- 盐酸氯胺酮样品

色谱柱: HYPERSIL C₁₈ (4.6mm × 250mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水= 30 : 70(500ml 流动相中加入三乙胺 0.2ml, 冰醋酸 0.1ml); 检测波长: 269nm; 流速: 1.0ml·min⁻¹, 20 μl 7161 定量进样阀进样。在此条件下色谱峰分离良好, 样品的含量测定中辅料不影响测定, 色谱图见图 1。

2.2 标准曲线的制备

精密称取盐酸氯胺酮对照品 387.5mg, 置 250ml 容量瓶中, 加蒸馏水溶解并定容, 分别精密吸取 1, 3, 5, 7, 9, 10ml, 用蒸馏水稀释并定容于 50ml 容量瓶中, 浓度分别为 31, 93, 155, 217, 279, 310 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$, 用 0.65 μm 微孔滤膜过滤后, 通过定量进样阀 20 μl 进样。每种浓度重复进样 3 次, 以峰面积的平均值 A 为 Y 值, 浓度 C 为 X 值, 计算回归方程得: $A = 64.04 \pm 20.27C$, $r = 0.9991$, 线性范围为 31 ~ 310 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 。

2.3 精密度试验

精密称定盐酸氯胺酮对照品 0.5206g, 加蒸馏水稀释至 100ml 容量瓶中, 精密吸取 1ml 加蒸馏水稀释至 50ml, 得对照品浓度为 104.12 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$, 20 μl 进样, 连续 5 次。测定峰面积, 结果见表 1。

表 1 盐酸氯胺酮的峰面积

	1	2	3	4	5	$A \pm S$	RSD (%)
保留时间	4.612	4.617	4.602	4.597	4.625		
峰面积	9584	9503	9590	9569	9635	9576.2 ± 47.75	0.498

2.4 回收率试验

精密称取盐酸氯胺酮, 按控释片处方比例加入羟丙基甲基纤维素 (HPMC) 和卡泊姆及硬脂酸镁, 置乳钵中研匀, 加少量水研磨, 定量转移。稀释至标准曲线浓度范围之内, 进样 20 μl 。采用外标法^[2]测定盐酸氯胺酮的含量。含量计算公式为: 含量 (m_x) = $m_r \cdot A_x / A_r$ (A_x 为供试品的峰面积, m_x 为供试品的含量, A_r 为对照品的峰面积, m_r 为对照品的含量),

结果见表 2。

表 2 盐酸氯胺酮的回收率试验 ($n=5$)

加入量 (g)	测定量 (g)	回收率 (%)	$\bar{x} \pm s$ (%)	RSD (%)
0.1004	0.09758	97.2		
0.1013	0.09907	97.8		
0.1237	0.1203	97.3	97.4 ± 0.64	0.66
0.1361	0.1313	96.5		
0.1481	0.1454	98.2		

2.5 样品测定

分别取每个批号的盐酸氯胺酮控释片 10 片,精密称定后研细,再精密称取适量(约相当于盐酸氯胺酮 220mg),加少量蒸馏水于乳钵中研匀,定量转移至 250ml 容量瓶中,加蒸馏水定容。再精密吸取 10ml 置 25ml 容量瓶中,加蒸馏水定容。进样 20 μ l,按 2.4 方法测定盐酸氯胺酮含量。计算标示量的百分含量,每个批号测定 3 次取平均值,结果见表 3。

表 3 控释片中盐酸氯胺酮的含量

批号	标示量(%)
990827	99.8
000120	96.5
000317	102.4

3 讨论

文献曾报道^[3],用 HPLC 测定血浆中氯胺酮浓度采用内标法,以布比卡因为内标。本试验采用外标法作为盐酸氯胺酮控释片的含量测定方法更简

便,快速,回收率及精密度试验均符合要求。盐酸氯胺酮在 31~ 310 μ g \cdot ml⁻¹ 范围内峰面积与浓度线性关系良好($r = 0.9991$)。在样品含量测定中,因控释片中采用 HPMC 和卡泊姆作辅料,加水后形成亲水凝胶,盐酸氯胺酮不易释放和溶解,因此必须用乳钵加蒸馏水充分研匀,然后置超声振荡器中振荡 2h。否则使含量测定结果偏低。控释片中的辅料 HPMC 和卡泊姆不影响盐酸氯胺酮的含量测定,色谱峰分离良好,在流动相中加入三乙胺及冰醋酸可防止色谱峰拖尾。

参考文献:

[1] 刘德生,张家华,陈健.口服氯胺酮镇痛的实验研究[J].徐州医学院学报,1995,15(2):170.
 [2] 中国药典[S].2000版二部.2000:附录32~34.
 [3] 张金玲.高效液相色谱法测定血中盐酸氯胺酮浓度的改进[J].中国医院药学杂志,2000,20(1):11.

收稿日期:2001-09-24

紫外分光光度法测定甲砒霉素胶囊的含量

罗虹¹,王晓玲²,李玉兰³(1.深圳市东湖医院,深圳 518020;2.深圳市人民医院,深圳 518020;3.深圳市药检所,深圳 518026)

摘要 目的:建立甲砒霉素胶囊的含量测定方法。方法:以无水乙醇为溶剂,采用紫外分光光度法测定甲砒霉素胶囊的含量,测定波长为 266nm。结果:线性范围 0.05~ 0.5mg \cdot ml⁻¹($r = 0.9999$),平均回收率为 99.83%,RSD 为 0.49%。结论:该方法简便、快速、结果准确。

关键词: 紫外分光光度法;甲砒霉素胶囊;含量测定

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2002)02-0101-02

Determination of content in thiamphenicol capsules by UV- spectrometry

LUO Hong¹, WANG Xiao-ling², LI Yu-lan³(1. Shenzhen Donghu Hospital, Shenzhen 518020, China; 2. Shenzhen People's Hospital, Shenzhen 518020, China; 3. Shenzhen Institute of Drug Control, Shenzhen 518026, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish UV method for the determination of content in thiamphenicol capsules. **METHODS:** UV spectrometry was used to determine the thiamphenicol capsules. The sample was determined at 266nm. **RESULT:** The calibration curves was linear between 0.05- 0.5 mg \cdot ml⁻¹($r = 0.9999$), the average recovery was 99.83%, RSD was 0.49%.

KEY WORDS UV spectrophotometry, thiamphenicol capsules, quantitative determination

甲砒霉素胶囊为抑菌性抗菌素,主要作用于细菌核糖体第 50 亚基,抑制转肽酶和肽链的延长,从

而抑制细菌蛋白质的合成,发挥抑菌和杀菌功效。临床适用于淋球菌引起的尿道感染以及肺炎球菌引