

烟酸占替诺氯化钠注射液含量测定方法的探讨和比较

方加林, 宛小林

(丰原药业无为药厂中心化验室, 安徽 无为 238300)

摘 要: 烟酸占替诺氯化钠注射液中烟酸占替诺含量测定采用高效液相色谱法, 其中间体检验也采用同法。因其费时, 检验成本高, 现拟用紫外分光光度法控制中间体含量。结果: 烟酸占替诺浓度在 $7.5\sim 75\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好, $r=0.9998$, $\text{RSD}=0.30\%$ 。结论: 两种方法测定其含量无明显差异, UV 法可用于中间体含量控制。

关键词: 烟酸占替诺; 紫外分光光度法; 高效液相色谱法

烟酸占替诺为黄嘌呤类血管扩张药, 其化学名为 1-[2-羟基-3-(2-羟乙基-甲胺基)丙基]茶碱硝酸盐。其含量和吸光度间有良好的线性关系, 本文分别用紫外分光光度法与高效液相色谱法进行含量测定。并对两种方法加以比较。

1、仪器与试剂

TU-1901 型紫外分光光度计 (北京普析通用仪器有限公司), 1525-2487-717 型高效液相色谱仪 (美国 WATERS 公司), 烟酸占替诺对照品 (广州医药化工研究所), 蒸馏水。

2、测定条件选择

2.1 溶剂的选择

烟酸占替诺在水中或冰醋酸中易溶, 在无水乙醇或氯仿中极微溶解, 故选择蒸馏水为测定溶剂。

2.2 检测波长的选择

取烟酸占替诺对照品, 用蒸馏水制成 $30\mu\text{g/mL}$ 的溶液, 在 $220\sim 400\text{nm}$ 范围内进行扫描, 结果显示在 269nm 处有最大吸收, 故选择 $(269\pm 1\text{nm})$ 为检测波长。

2.3 线性关系考察

精密称取烟酸占替诺对照品 0.15g , 置 100mL 量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 $0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0\text{mL}$ 分别置于 100mL 中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。在 269nm 波长处测定吸光度, 以吸收度为纵坐标, 烟酸占替诺浓度为横坐标绘制标准曲线, 得回归方程: $Y=0.0249X+0.019$, 相关系数 $r=0.9998$ 。

2.4 精密度试验

取同一批供试品溶液测定 6 次, (批号: 20030515-13)。结果如下: $99.4\%, 99.0\%, 99.4\%, 99.2\%, 99.5\%, 99.3\%$, 平均值为 99.6% , $\text{RSD}=0.30\%$

2.5 含量测定

精密称取对照品适量制成 30 μg/mL 的溶液最为对照液，吸取烟酸占替诺氯化钠注射液 1mL 于 100mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作供试液，在 269nm 波长处分别测定其吸光度，计算样品的含量。

3、结果与比较

本次试验共对 9 个批号的烟酸占替诺氯化钠注射液进行对比试验。结果见表 1 所示：

表 1：不同方法的含量分析结果对照（单位：%）

批号 方法	03051511	03051512	03051513	03061011	03061012	03061013	03071811	03071812	03071813
UV	99.9	99.1	99.6	99.0	99.4	99.7	100.1	100.5	99.8
HPLC	100.5	100.1	100.2	99.8	100.2	99.6	99.9	100.9	100.4

4、总结

从表面试验结果来看，UV 法测定 RSD=0.30%，r=0.9998。紫外分光光度法精密度好，操作简便可靠，与 HPLC 法比较，两种方法测定结果一致，无显著差异。但 HPLC 法检测成本高，易受设备条件限制，可采用紫外分光光度法测定烟酸占替诺中间体含量，作为企业内部质量控制指标。

参考文献：

[1] 国家药品监督管理局 WS-452（X-381）-2001 标准
[2] 《中国药典》2000 年版二部