

想,背景干扰很大,将硅胶H改为氧化铝后,可明显脱色,得到满意的薄层色谱效果。

4. 实验证实本法灵敏度较高,经多次加样试验结果一致,表明本法的可靠性与正确性,不仅为该口服液中人参的质控提供了一个重要的依据,并为其定量分析打下了基础。

参 考 文 献

- [1] 颜玉贞等.分析测试通报,1988,7:82
- [2] 王慕邹等.人参的分析 I,14:309
- [3] 李云华等 SFC 法测定人参及其中成药中人参二醇及人参三醇的含量.
- [4] 李修禄等.药物分析杂志,1981,1(3):149,

HPLC 法测定苯妥英钠及其制剂的含量

湖北省药检专科学校药理学系(湖北 430064) 饶泽萍 李俊

苯妥英钠为临床上常用有效的抗癫痫药,对其含量测定,目前国内外常用的方法多为原料药用萃取重量法,片剂用双相滴定法^[1],但前者操作方法较费时繁杂,后者乙醚提取易泄漏误差大。而采用高效液相色谱法(HPLC法)直接测定尚未见报道^[2],本文采用 HPLC 法直接测定苯妥英钠的含量,与药典方法比较具有准确,简便,快速,结果满意等优点。

实 验 部 分

一、仪器与试剂

日本岛津 LC-6A 高效液相色谱仪; SPD-6AV 紫外检测器; C-R 3A 数据处理机。

苯妥英钠:标准品(精制原料药,含量 99.8%);苯巴比妥钠(内标,为有机分析标准试剂)、苯妥英钠片(武汉制药厂)、甲醇(GR 级试剂)、三次重蒸馏水。

二、实验方法与结果

1. 高效液相层析条件 色谱柱: Shim-pack CLC-ODS 柱(0.15m×6.0); 流动相: 甲醇-水(65:35); 流速: 1 ml/min; 测定波长: 254 nm; 灵敏度: 0.16、纸速:

5 mm/min; 柱温: 40℃。

2. 标准曲线:精密称取苯巴比妥钠对照品 25 mg 置于 50 ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,作内标液备用。

精密称取苯妥英钠 50 mg 置于 50 ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,备用。

精密吸取 1.0, 2.0, 3.0, 5.0 ml 标准液分别置于 10 ml 量瓶中,各精密加入内标液 2 ml,用流动相溶解并稀释至刻度,摆匀。照上述色谱条件,取 10 ul 进样,以浓度为横坐标,峰面积比为纵坐标绘图,其数据经直线回归,线性关系及精密度均好,其回归方程和相关系数分别为 $y = 0.1095 + 0.4967x$, $r = 0.9996$,线性范围 0.5~2.5 ug/ml。

3. 回收率测定 按处方量配制模拟片^[3],照样品测定项下操作和计算,平均回收率为 100.18%,相对标准差为 0.16%(n=5)

4. 原料测定 精密称取苯妥英钠样品约 50 mg 置 50 ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 3.0ml 置 10ml 量瓶中,精密加入内标液 2.0 ml,用流动相稀释至刻度,取 10 ul 进样,测定结果见表

1。

表 1 苯妥英钠原料测定结果(n=3)

批号	本 法		药典法	
	含量(%)	RSD(%)	含量(%)	RSD(%)
890112	98.47	0.48	98.52	0.49
901202	99.71	0.26	100.21	0.24
910828	98.88	0.43	98.37	0.21

5. 片剂的测定 取苯妥英钠 20 片, 研细、精密称取相当于 50 mg 苯妥英钠的样品置于 50 ml 量瓶中, 加流动相 40 ml 振摇数分钟后, 稀释至刻度, 摇匀过滤, 弃去初滤液。精密吸取此滤液 3 ml 置于 10 ml 量瓶中, 精密加入内标液 2ml, 用流动相稀释至刻度, 摇均, 取 10 ul 进样, 结果见表 2。

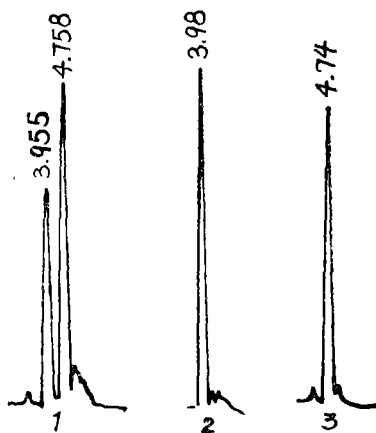
表 2 苯妥英钠片含量测定结果(n=3)

批 号	本 法		药 典 法	
	标示量(%)	RSD(%)	标示量(%)	RSD(%)
900804	100.58	0.46	100.42	0.42
910408	100.08	0.23	99.98	0.45
900602	101.23	0.30	101.02	0.50

三、讨论

1. 在本实验条件下, 根据选择内标的原则, 选定苯巴比妥钠为内标物, 其峰恰好

在苯妥英钠附近, 保留时间适宜, 分离度为 2.1, 见图 1,



1. 苯妥英钠与内标分离图 2. 内标 3. 苯妥英钠片

2. 本法无需复杂的样品予处理步骤, 可直接进样测定, 具有准确、快速、简便, 稳定性好等优点, 适用于常规分析,

参 考 文 献

- [1] 中国药典(二部).1990:289
- [2] Dunces W等. J Chromatogr Sci,1974,12: 655
- [3] 顾学裘. 药物制剂注解. 人民卫生出版社,1983.740