

高效液相色谱法测定西咪替丁片的含量

★ 陈燕军 杨海秀 黄武军 龚文莉 (江西制药有限责任公司 南昌 330006)

关键词:西咪替丁片;HPLC 法;含量测定

中图分类号:TQ 460.7⁺2 文献标识码:A

西咪替丁是一种 H₂ 受体拮抗剂,能明显抑制昼夜基础胃酸分泌,临床上应用较广泛^[1]。其片剂含量测定方法,《中国药典》2000 版二部采用紫外分光光度法。文献中也有多种测定方法报道^[2-5]。本文探讨了用高效液相色谱法测定西咪替丁片的含量。操作简便,重现性好,结果准确。

1 仪器和试剂

仪器:Waters 490 紫外检测器,Water 510 恒流泵,千谱色谱工作站。对照品:西咪替丁对照品(自制,含量 99.79%)。样品:西咪替丁片(江西制药有限责任公司生产,规格:0.2 g)。试剂:甲醇(色谱纯)、磷酸二氢钠(分析纯)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Alltech Alltima C₁₈ 色谱柱,4.6 mm×250 mm,5 μm。流动相:甲醇-0.78% NaH₂PO₄ 溶液(30:70)。检测波长:225 nm。流速:0.8 mL/min,超声脱气 20 分钟。柱温:室温。进样量:20 μL。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取西咪替丁对照品 25 mg 置 50 mL 量瓶中,加 20 mL 甲醇溶解,加流动相稀释至刻度,精密吸取 5 mL 置 50 mL 量瓶中,即得 50 μg/mL 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取样品 20 片,精密称定,研细,精密称出适量(约相当于西咪替丁 25 mg),置 50 mL 量瓶中,加甲醇 20 mL,超声溶解 10 分钟,加流动相稀释至刻度,摇匀,过滤。精密量取续滤液 5 mL 置 50 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,作为供试品溶液。

2.4 线性关系 精密称取西咪替丁对照品 25 mg,置 50 mL 量瓶中,加甲醇 20 mL 溶解,加流动相稀释至刻度,精密量取该溶液 1、3、5、7、9 mL,置 50 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,照以上色谱条件进样,量取峰面积,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,得回归方程为: $A = 2.4421 \times 10^8 C + 18230$, $r = 0.9999$ 。结果表明:西咪替丁在 10~90 μg/mL 浓度范围内,线性关系良好。

2.5 中间精密度和稳定性试验 取同一供试品溶液,连续进样 5 次,记录峰面积,计算 RSD 为 0.56%。

取同一供试品溶液,0、2、4、6、8 小时测定,记录峰面积,计算 RSD 为 0.88%。

2.6 空白试验 按处方比例制备空白样品,按供试品溶液

配制方法,配制空白溶液,按样品测定条件测定,记录色谱图。结果:在主峰位置上没有干扰,对样品测定无影响。

2.7 回收率试验 精密称取已知含量的西咪替丁片样品 5 份,置 200 mL 量瓶中,加 20 mL 甲醇溶解后,加流动相稀释至刻度,摇匀,过滤,取续滤液 5 mL 至 50 mL 量瓶中,各加入西咪替丁对照品适量,用流动相稀释至刻度,摇匀,按样品测定方法测定。平均回收率为 0.99%,RSD 为 1.13%。

2.8 样品测定 取本品 3 批,分别照含量测定方法下的规定进行测定,并与紫外分光光度法进行对比,结果见表 1。

表 1 样品测定结果比较 %

批号	HPLC 法(n=3)		紫外分光光度法含量
	含量	RSD	
0503101	96.0	0.68	95.2
0503111	98.1	0.61	99.0
0503131	99.2	0.75	98.3

3 讨论

(1)本文采用甲醇-0.78% NaH₂PO₄ 溶液(30:70),避开了三乙胺等较毒试剂,酸性也较为缓和,有利于保护色谱柱。实验过程中,采用多家色谱柱,确定 Alltech 公司生产的 Alltima C₁₈ 柱较为合适。流动相也采用多种比例,确定 30:70 峰形较好。

(2)利用西咪替丁样品与标准品保留时间一致性,故该法可作为鉴别方法之一。

(3)该方法简便可靠,精密度高,分离效果好,对于控制西咪替丁片的含量有一定的意义。

参考文献

- [1]陈新谦,金有豫,汤光.新编药理学[M].第 15 版.北京:人民卫生出版社,2003,427
- [2]邵水娟,王首珏,王夏炎.建议修改中国药典西咪替丁片含量测定法[J].中国现代应用药学,1999,16(5):53
- [3]王琼芬,叶文波.高效液相色谱法测定西咪替丁片中西咪替丁的含量[J].中国现代应用药学,2000,17(2):144
- [4]姬晓灵,屈爱桃,孙利明.Cran 电位滴定法测定甲氧咪唑的含量[J].华西医学杂志,2000,15(6):465
- [5]万芳友.一阶导数分光光度法测定西咪替丁的含量[J].中国药业,2001,10(1):24

(收稿日期:2005-05-20)