

## · 药物分析与检验 ·

## 高效液相色谱法测定氟康唑注射液的含量

周家骅 诸昌煦 (安徽省药品检验所, 合肥 230061)

## 实验方法与结果

## 1 仪器与试剂

仪器: Waters 510型输液泵, U6K 进样阀, 490型可变波长紫外检测器, 岛津 C-R4A 色谱数据处理机; 色谱柱:  $\mu$ -Bondapak C<sub>18</sub> 3.9×300 mm; 流速0.8 ml/min; 记录纸速2mm/min, 检测波长261nm。

试剂: 甲醇(分析纯); 水(亚沸蒸馏水)

流动相: 甲醇—水(50:50)

样品、对照品均由蚌埠市第一制药厂提供, 对氨基苯甲酸(内标)为中国药品生物制品检定所发对照品。

## 2 分析方法

## 2.1 溶液的制备

对照品溶液 取氟康唑对照品 200 mg, 精密称定, 置 100 ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作对照品贮备溶液。

内标溶液 取对氨基苯甲酸适量, 精密称定, 加流动相溶解, 制成 1 ml 中含 0.20 mg 的溶液。

## 2.2 线性范围

精密量取对照品贮备溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、6.0、8.0、10.0 ml 分别置 100 ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀; 各取 20  $\mu$ l 注入液相色谱仪, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 求得回归方程为  $A = 2.812 \times 10^3 C + 1.933 \times 10^3$ ,  $r = 0.99996$ 。

2.3 校正因子测定 精密量取氟康唑对照品贮备液(1 ml 相当于 2.0 mg 的氟康唑) 4.0、5.0、6.0 ml 分别置 100 ml 量瓶中, 各精密加入 0.20 mg/ml 内标溶液 2 ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 上述 3 份溶液各取 20  $\mu$ l 分别注样 5 次, 计算得校正因子为: 47.9921, 47.9646, 47.8185。均值为 47.9251。

## 3 回收率试验

精密量取不含氟康唑的空白注射液 2 ml 分别置六只 100 ml 量瓶中, 其中五只量瓶中各加入不同量的氟康唑贮备溶液, 各精密加入 0.20 mg/ml 内标溶液 2 ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀; 各取 20  $\mu$ l 注入液相色谱仪, 按校正因子法计算含量测得氟康唑平均回收率和  $s$  为  $100.0 \pm 0.7\%$  ( $n = 5$ )。结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	加入量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	6.12	6.1567	100.6	
2	8.16	8.1682	100.1	
3	10.2	10.1185	99.2	100.0 ± 0.7
4	15.3	15.3765	100.5	
5	20.4	20.2778	99.4	

## 4 样品测定

精密量取氟康唑注射液约(相当于氟康唑 10 mg)置 100 ml 量瓶中, 加入 0.2 mg/ml 内标溶液 2 ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 照回收率试验项下操作, 按校正因子法计算含量, 结果见表 2。

表 2 样品测定结果( $n = 3$ )

批号	标示量 (%)	RSD (%)
931207	98.2	0.12
931208	98.6	0.38
931209	98.8	0.55
931210	97.7	0.10
931211	98.3	0.23
931212	99.7	0.22

## 讨 论

1 流动相中甲醇的浓度在 40~60% 范围内, 组

分与内标峰能完全分离,其峰形较佳,甲醇低于此范围,氟康唑保留时间较长。峰形变差,甲醇浓度大于此范围氟康唑与内标峰分离度逐渐变坏。

2 经检测氟康唑最小检测限为 $5.0\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

3 内标筛选过程中曾用不同浓度配比流动相

对磺胺甲基异噁唑等五个药物进行筛选,认为对氨基苯甲酸用作内标,无论是峰形还是分离度均较理想。

收稿日期:1994-03-31