

盐酸氟西汀及胶囊剂含量的HPLC测定研究

徐远 狄平平 宓一英 陈敏娟

(上海中西药业股份有限公司技术中心, 上海 200065)

摘要 用内标法对盐酸氟西汀进行了含量测定。在 $0.5\ \mu\text{g}\sim 3.0\ \mu\text{g}$ 范围内线性关系良好。盐酸氟西汀胶囊的回收率实验表明: 本方法适用于盐酸氟西汀及盐酸氟西汀胶囊的含量测定。

关键词 盐酸氟西汀 盐酸氟西汀胶囊 高效液相色谱法含量测定

本文采用HPLC法和高氯酸非水滴定法, 对盐酸氟西汀及胶囊剂的含量测定进行了研究。结果表明: 两法测定结果相近, HPLC法简便, 灵敏, 准确, 在227 nm波长进行紫外检测, 排除了胶囊中辅料的干扰, 可获得满意的结果。

1 实验仪器和试剂

1.1 仪器

Waters液相色谱仪, 510泵, 486紫外检测器717自动进样器, Maxima 820工作站, TGL高速离心机。

1.2 试药和试剂

盐酸氟西汀对照品(含量99.8%), 由本公司合成研究所提供, 甲醇和乙腈为HPLC级, 其它试剂为分析纯。

2 盐酸氟西汀HPLC含量测定法

2.1 供试溶液和内标溶液的制备

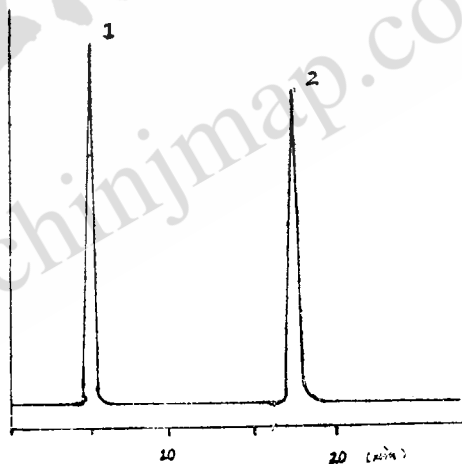
供试品溶液: 精密称取盐酸氟西汀, 用少量甲醇溶解后, 加流动相配成每1 ml中约含1.2 mg的溶液。

内标溶液: 取 α -硝基萘, 加少量乙腈, 加流动相配成每1 ml中约含1.3 mg的溶液。

2.2 色谱条件

Spherisorb C18 $4.6\times 150\ \text{mm}$ (大连化学物理研究所), 流动相: 乙腈-水-二乙胺(35: 65: 0.6) (水和二乙胺用磷酸调pH 2.4), 流量: 1.2

ml/min 检测波长: $\lambda 227\ \text{nm}$ 。经过筛选, 确定 α -硝基萘为内标。盐酸氟西汀与 α -硝基萘的分离度为18.3, 柱效以盐酸氟西汀计 $N = 3200$ 理论板数。结果见图1。



1. 盐酸氟西汀 2. α -硝基萘

图1 盐酸氟西汀HPLC图

2.3 标准曲线的测定

精密量取按上述配制的对照品溶液0.5 ml, 1.0 ml, 1.5 ml, 2.0 ml, 3.0 ml, 分别置10 ml量瓶中, 各精密加入内标溶液0.5 ml, 用流动相稀释至刻度, 进行测定, 以盐酸氟西汀对 α -硝基萘的峰面

积为纵坐标X, 相应的重量比为横坐标Y, 数据经线性回归, 得回归方程为 $Y = 0.038 + 1.720X$; 相关系数 $r = 0.9999$, 结果表明, 盐酸氟西汀在0.5~3.0 μg 范围内, 线性关系良好。

校正因子:

取标准曲线项下的溶液, 分别进样10 μl , 计算得校正因子平均值 1.7613 ± 0.0213 , 变异系数为1.21%(RSD)。

2.4 含量测定

取盐酸氟西汀供试品溶液1 ml 和内标溶液0.5 ml, 置10 ml 量瓶中, 用移动相稀释至刻度, 取10 μl 注入液相色谱仪, 记录图谱, 按内标法计算盐酸氟西汀的含量。三批样品测定结果见表1。

2.5 高氯酸非水滴定法和HPLC法含量测定结果比较:

见表1

表1

样品批号	HPLC法含量%	高氯酸法含量%
940702-1	100.91	100.71
940802-1	99.92	100.67
940803-1	100.67	100.58

从上表说明: 两种方法测定盐酸氟西汀含量, 结果相近, 盐酸氟西汀应用高氯酸非水滴定法或HPLC法均可作为其含量测定的方法。

3 盐酸氟西汀胶囊的含量测定

3.1 测定法

取盐酸氟西汀胶囊, 内容物研细, 精密称取适量(相当于盐酸氟西汀0.012 g), 置10 ml 容量瓶中, 加少量甲醇, 于超声仪中震荡2 min, 加流动相, 至刻度。离心, 精密量取上清液1 ml 置10 ml 容量瓶中, 加0.5 ml 内标液, 以流动相稀释至刻度, 取10 μl 注入液相色谱仪, 测定计算。

3.2 回收率

精密称取盐酸氟西汀5份, 分别配成80%, 90%, 100%(约1.2 mg/ml 盐酸氟西汀), 110%, 120%原药分置10 ml 量瓶中, 各加入胶囊处方量的辅料, 再加少量的甲醇溶解, 于超声仪中震荡15 min, 离心, 取上清液作为样品溶液。分别取1 ml 置10 ml 量瓶中, 各加0.5 ml 内标液, 用移动相稀释至刻度, 取10 μl 注入液相色谱仪中, 记录色谱图以内标法计算。结果见表2

表2

样号	加入量	测得量	回收率%
1	99.24	100.04	100.81
2	99.32	99.97	100.65
3	99.21	98.68	99.47
4	99.45	100.55	101.11
5	100.12	100.65	100.50

平均回收率: $100.51 \pm 0.62(\text{SD})$, $\text{RSD} = 0.62\%$

致谢: 本实验得到上海市药品检验所张培棣老师的帮助指导, 在此表示感谢。

收稿日期: 1995-09-13