

反相 HPLC 法测定舒噻嗪含量

殷霞 董善士

(分析计算中心)

关键词 舒噻嗪; 磺胺甲噁唑; HPLC

舒噻嗪为抗癫痫新药,英国药典^[1](1988)和日本药局方第十二改正版^[2]均采用非水酸量法进行含量测定,该法对试剂要求高,操作繁琐且所用溶剂毒性大。本文应用 HPLC 法对舒噻嗪原料及片剂进行了含量分析,结果表明该法准确可靠、稳定性好,测得片剂中舒噻嗪含量与紫外分光光度法结果一致。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Waters Model 510 泵, DZ-1 254 紫外检测器(上海科仪厂), Sp 4270 微处理机。舒噻嗪对照品、原料及片剂均由本校医药化工研究所提供。

1.2 色谱条件

色谱柱: 150 mm × 4.6 mm 不锈钢柱, 填充 Spherisorb C₁₈, 5 μ (大连化物所); 流动相: 乙腈-水(17:83), 流速 1.2 ml/min; 内标为磺胺甲噁唑。舒噻嗪及内标色谱图见图 1。

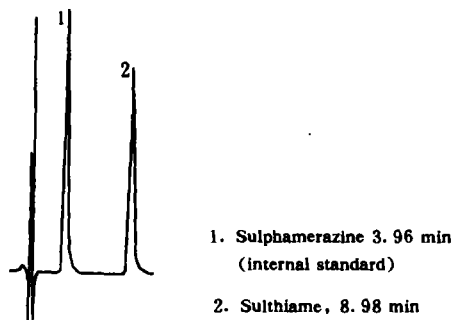


Fig 1. Chromatogram of sulthiame and sulphamerazine

1.3 工作曲线的绘制

精密称取磺胺甲噁唑适量,加甲醇溶解并稀释配制为含内标 0.02 mg/ml 的溶液。

取舒噻嗪对照品适量,精密称定,加内标溶液溶解并稀释制成浓度为 0.04~1.4 mg/ml 的标准溶液,取 10 μl 进样,以 $A_{\text{内}}/A_{\text{外}}$ 为纵坐标 y , 浓度 C 为横坐标 (x) 得回归方程: $y=0.2306x-0.01337$, $r=0.9998$ 。

1.4 样品分析

原料药 取舒噻嗪样品适量(约 6 mg), 精密称定,置 50 ml 量瓶中,加内标溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,吸取 10 μl 进样。所得峰面积比按回归方程计算样品含量,见表 1。

片剂 取舒噻嗪片剂 20 片,研磨混匀,取粉末适量(约 10 mg),精密称定,置 50 ml 量瓶中,加内标溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 10 μl 进样分析。所得峰面积比按回归方程计算片剂含量,并求得标示量的百分含量见表 1。

Tab 1. Determination of sulthiame in materials and in tablets

No.	Sulthiame		Sulthiame in tablets	
	Content, %	Batch	Batch	Content, %
1	100.8	920801		98.16
2	100.9	920802		97.92
3	98.65	920808		97.49
4	99.38	920810		95.87
5	98.50	920815		97.15

1.5 加样回收率

取片剂粉末约 5 mg,精密称定,添加适量的舒噻嗪对照品,按片剂分析项下操作,以

收稿日期 1993-01-03

测得舒噻嗪总量减去片剂中舒噻嗪的含量,计算回收率,结果得平均率为 100.8% (RSD = 2.1%, $n=8$)。

1.6 稳定性试验

取舒噻嗪样品适量,加内标溶液溶解稀释,取 10 μl 进样分析,结果表明舒噻嗪在 72 h 内稳定。

1.7 最小检出量

当 $S/N > 3$ 时测得舒噻嗪 0.01 μg 。

2 讨论

2.1 为了进一步考察本法的准确性,应用紫外分光光度法测定比较了 8 个批号片剂的含量,结果较为一致,最大偏差小于 0.5%,见表 2。

Tab 2. Sulthiame contents (%) in tablets by using different methods

Betch	HPLC	UV	Relative error, %
920708	97.44	97.00	0.2
920801	98.16	97.81	0.2
920802	97.92	97.78	0.1
920808	97.49	97.56	0.04
920810	95.87	96.83	0.5
920815	97.15	97.63	0.3
920820	97.51	97.64	0.05
920821	98.10	98.70	0.3

2.2 本文色谱条件下,若流动相乙腈比例增加则舒噻嗪和内标峰保留时间缩短,必要时可作调整。

参考文献

- 1 *British Pharmacopeia*, 1988, 551
- 2 日本药局方,第十二改正版, 1986:520

Determination of Sulthiame and Its Formulation by HPLC

Yin Xia, Dong Shanshi

Instrumental Center

A simple and accurate method for measuring sulthiame and its formulation by high performance liquid chromatography with UV detector at the wavelength of 254 nm was developed. The optimal experiment conditions were Sphrisorb C_{18} column (150 mm \times 4.6 mm I. D., 5 μ), mobile phase of acetonitrile-water (83 : 17) and sulphamerazine as internal standard. Sulthiame can be quantitated over the range of 0.04~1.4 mg/ml. The recovery of sulthiame from tablets was 100.8% (RSD=2.1%, $n=8$).

Key words Sulthiame; Sulphamerazine; HPLC