

高效液相色谱分析复方炔诺酮片

刘玉波 马剑文

(总后卫生部药品仪器检验所, 北京)

复方炔诺酮片为短效口服避孕药。每片含炔诺酮0.6mg和炔雌醇0.035mg。由于含量相差约17倍, 为一次同时测定各自含量带来困难。药典(1)用紫外分光光度法测定炔诺酮含量, 而以灵敏度较高的荧光分光光度法测定含量低的炔雌醇。本文用反相色谱法分离和定量分析复方炔诺酮片比较简单。甲基炔诺酮为内标, 利用210nm波长对炔雌醇灵敏度高、对炔诺酮灵敏度低的特点而选用此检测波长, 一次色谱同时测定炔诺酮和炔雌醇。线性回归相关系数炔诺酮为0.9986, 炔雌醇为0.9995。分离度炔诺酮与炔雌醇为2.1, 炔雌醇与甲基炔诺酮为3.1。方法回收率炔诺酮99.4—100.2%, 炔雌醇100.0—100.5%。含量测定结果与药典法基本一致。

(一) 仪器 Perkin-Elmer 系列3液相色谱仪, LC-65T 紫外检测器; Sigma 10 数据处理机, 023型记录仪。

(二) 样品液的配制 取复方炔诺酮片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于5片量), 置10ml容量瓶, 加甲基炔诺酮内标液(3mg/ml甲醇液)1ml, 用甲醇稀释至刻度, 振摇, 过滤, 取滤液备用。

(三) 色谱条件 色谱柱: $\phi 0.46 \times 25\text{cm}$ Nucleosil C₁₈, 5 μm , 匀浆法装柱; 柱温: 29~30 $^{\circ}\text{C}$; 流动相: 甲醇-水(60:40, V/V), 流速:

1ml/min; 压力: 17.5 MPa; 检测波长: 210nm; 记录纸速0.5cm/min; 灵敏度: 记录仪10mV相当0.04AUFS。

(四) 样品测定及结果 交替注入标准液(按处方比例)和样品液8 μl , 分离结果见图1, 并以校正因子法计算含量, 结果见表1。

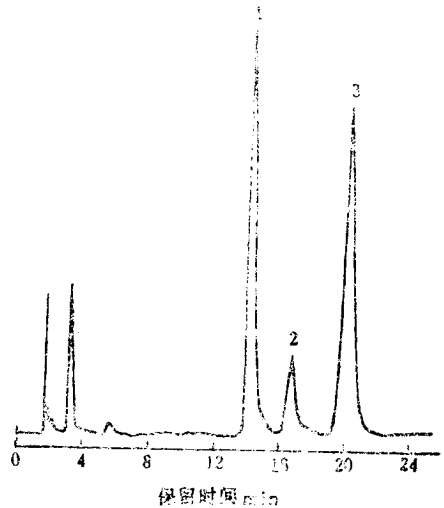


图1 炔诺酮、炔雌醇、甲基炔诺酮色谱图
1. 炔诺酮, 2. 炔雌醇, 3. 甲基炔诺酮。

参考文献

(1) 中国药典(二部), 295页, 1985。

(收稿日期: 1987年2月17日)

Determination of Tablet Norethisterone Composite by High Performance Liquid Chromatography Liu Yubo & Ma Jianwen, Institute for Drug Control of PLA, Beijing

Norethisterone and ethinylestradiol were separated and determined by HPLC using an analytical column (25 \times 0.46 cm I. D. 5 μm) packed with Nucleosil C₁₈ and UV detector at 210 nm. Methanol-water (60:40) were used as eluent and norgestral as an internal standard. The results have showed that the relative standard deviation was not more than 2% and the recoveries were between 98.9—100.5%.

表1 复方炔诺酮片测定结果

批号	HPLC		药典法	
	炔诺酮 (mg/片)	炔雌醇 (mg/片)	炔诺酮 (mg/片)	炔雌醇 (mg/片)
740910	0.5958	0.03410	0.5954	0.0350
	0.6057 $\bar{X}=0.6012$	0.03452 $\bar{X}=0.03458$		
	0.6051 $S=0.004176$	0.03486 $S=0.0003799$		
	0.5995 $CV=0.6946\%$	0.03505 $CV=1.039\%$		
	0.5997	0.03437		
70045	0.5467	0.03432	0.5451	0.0356
	0.5523 $\bar{X}=0.5496$	0.03454 $\bar{X}=0.03466$		
	0.5507 $S=0.002144$	0.03484 $S=0.0002882$		
	0.5498 $CV=0.3901\%$	0.03456 $CV=0.8315\%$		
	0.5484	0.03506		