

恩诺沙星片中恩诺沙星的测定

黄燕

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 以 0.025mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 3.0)-乙腈(83:17)为流动相, 检测波长为 278 nm, 面积外标法定量(单点法)。理论板数按恩诺沙星峰计算不低于 2500。

关键词: 液相色谱法; 检测方法; 恩诺沙星

1 检测方法

《中国兽药药典 2015 版第一部》

2 试剂及材料

2.1 试剂

2.1.1 实验室用水, 为新制备的不含有机物的去离子水或蒸馏水。

2.1.2 乙腈, 色谱纯。

2.1.3 磷酸, 优级纯。

2.1.4 三乙胺, 分析纯。

2.1.5 恩诺沙星, 99.9%, Dr. Ehrenstorfer GmbH。

2.1.6 盐酸环丙沙星, ≥98%, 信阳市中检计量生物科技有限公司。

2.1.7 恩诺沙星片: 市售。

2.2 试剂制备

2.2.1 恩诺沙星对照品溶液: 取恩诺沙星对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每 1ml 含恩诺沙星 50 ug 的溶液, 备用。

2.2.2 系统适用性溶液: 取恩诺沙星对照品、盐酸环丙沙星对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每 1 mL 各含恩诺沙星 48 ug、盐酸环丙沙星 48 ug 的系统适用性溶液, 备用。

2.3 使用仪器设备

2.3.1 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 二元高压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 双波长-紫外检测器。

2.3.2 色谱柱 Sapphiresil C18 (250*4.6 id mm, 5 um)

2.3.3 超声波清洗仪

2.3.4 分析天平：精度为 0.0001g

2.3.5 其它实验室常用仪器设备

3 测定

3.1 色谱条件

3.1.1 色谱柱：Sapphiresil C18 (250*4.6 id mm, 5 μ m)

3.1.2 色谱柱温度：40°C

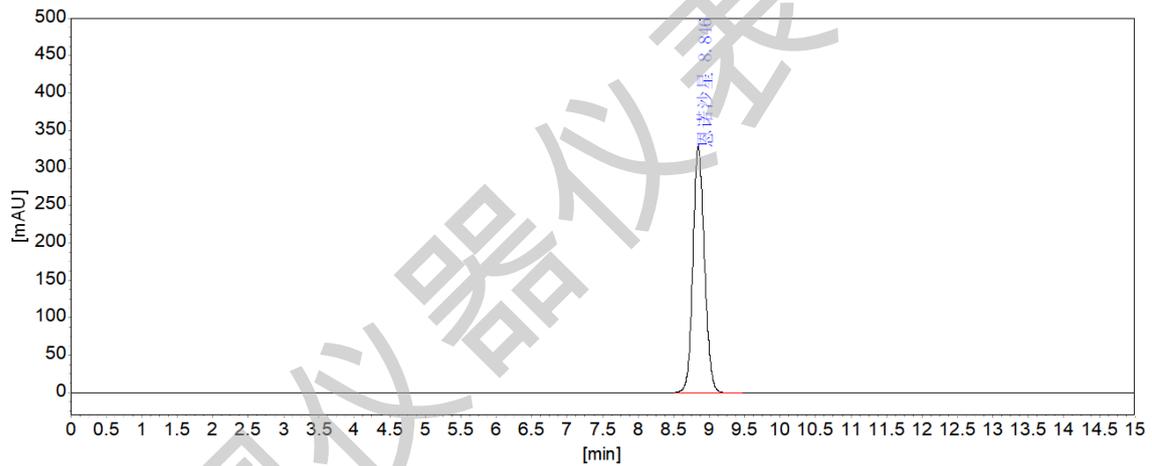
3.1.3 流动相：0.025mol/L 磷酸溶液（三乙胺调 Ph=3.0）/乙腈=83/17

3.1.4 紫外检测器检测波长：278 nm

3.1.5 流速：1.0 mL/min

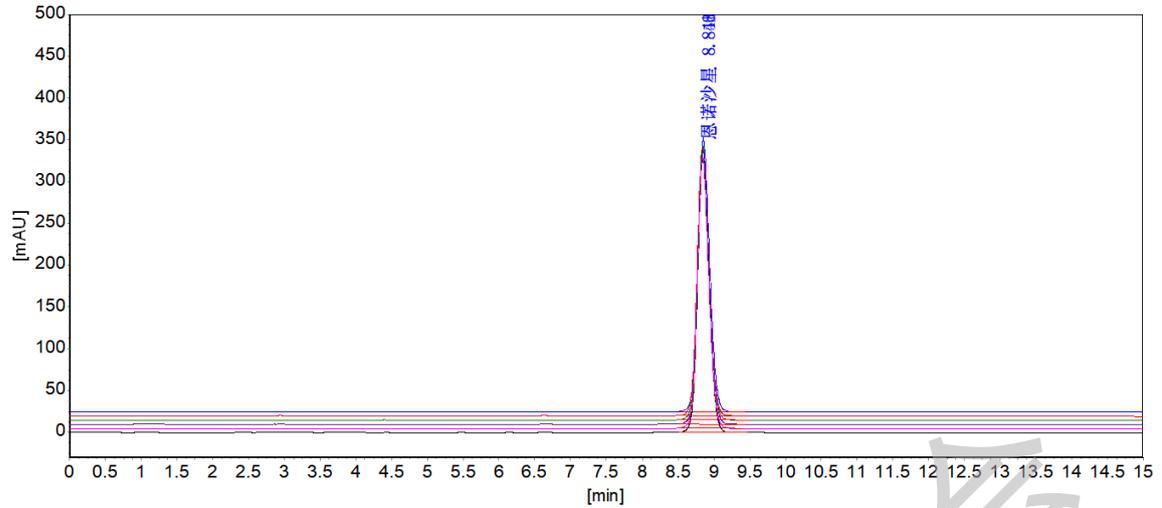
3.1.6 进样量：10 μ L

3.2 50ug/mL 恩诺沙星对照品溶液典型谱图及结果



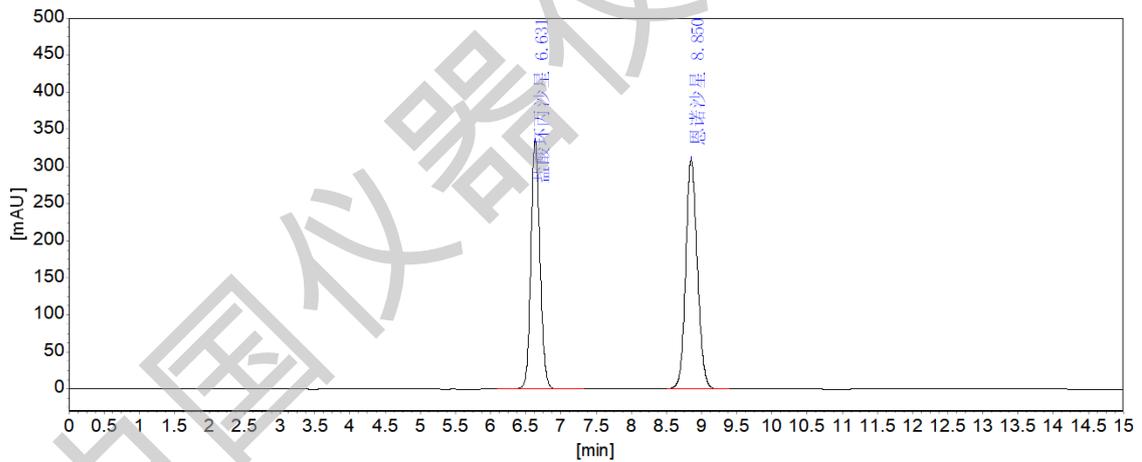
| 组分名 | 保留时间[min] | 峰面积[uAU*s] | 峰高[uAU] | 理论塔板 | 拖尾因子 |
|------|-----------|------------|----------|-------|-------|
| 恩诺沙星 | 8.846 | 3703713 | 328172.6 | 14415 | 1.124 |

3.3 50ug/mL 恩诺沙星对照品溶液重复性谱图及结果



| 组分名 | 平均时间 [min] | 时间 RSD% | 平均面积 [mAU*s] | 面积 RSD% | 平均峰高 [mAU] | 峰高 RSD% |
|------|---------------|------------|-----------------|------------|---------------|------------|
| 恩诺沙星 | 8.846 | 0.045 | 3701801 | 0.226 | 325147.5 | 0.894 |

3.4 系统适用性溶液谱图及结果

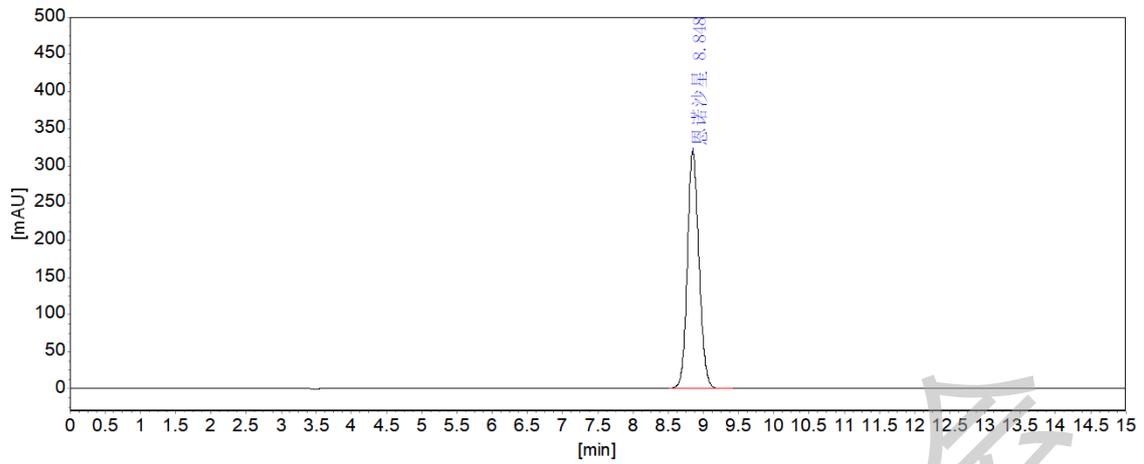


| 组分名 | 保留时间 [min] | 峰面积 [uAU*s] | 峰高[uAU] | 理论塔板 | 分离度 | 拖尾因子 |
|--------|---------------|----------------|----------|-------|-------|-------|
| 盐酸环丙沙星 | 6.631 | 3010190 | 334943.7 | 13010 | -- | 1.121 |
| 恩诺沙星 | 8.850 | 3533096 | 308459.7 | 14109 | 8.387 | 1.120 |

3.5 试样测定

取市售恩诺沙星片 10 片，研细，称取 0.0124 g，置于 10 ml 容量瓶中，加入 7 mL 流动相，超声 15 分钟，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，过 0.45 μm 有机滤膜后进样。样品谱图及结

果如下：



| 组分名 | 保留时间[min] | 峰面积[uAU*s] | 峰高[uAU] | 含量[mg/L] | 含量[mg/g] |
|------|-----------|------------|----------|----------|----------|
| 恩诺沙星 | 8.848 | 3650575 | 319255.1 | 49.3079 | 39.76 |

本次实验选用的恩诺沙星片（单片约 0.1213g）规格为 5 mg/片，约 41.2 mg/g。根据药典规定，测试结果应在标示量的 90.0%-110.0%，即 37.1-45.3 mg/g 之间。测试结果合格。

4 结论

选用福立 LC5090 高效液相色谱仪（配 Sapphiresil C18 (250*4.6 id mm, 5 um)色谱柱）测定兽药恩诺沙星片，恩诺沙星理论塔板数为 14415，与盐酸环丙沙星的分离度为 8.387，完全可以达到兽药典的要求。