

## 异福酰胺片的测定

### 一. 样品描述:

本品为薄膜衣片，除去包衣后显橙红色或红色；

### 二. 液相方法条件

方法来源：中国 2010 版药典，二部 P299；

具体方法：（调整后）

色谱柱：Ultimate®XB-CN，4.6×250mm，5 μ m；

检测波长：254nm；

流动相：以 0.01mol/L 庚烷磺酸钠溶液（称取庚烷磺酸钠 2.0225g，加水 1000ml 溶液，用磷酸调节 pH 至 2.0）-乙腈=54:46；

温度：30 度；

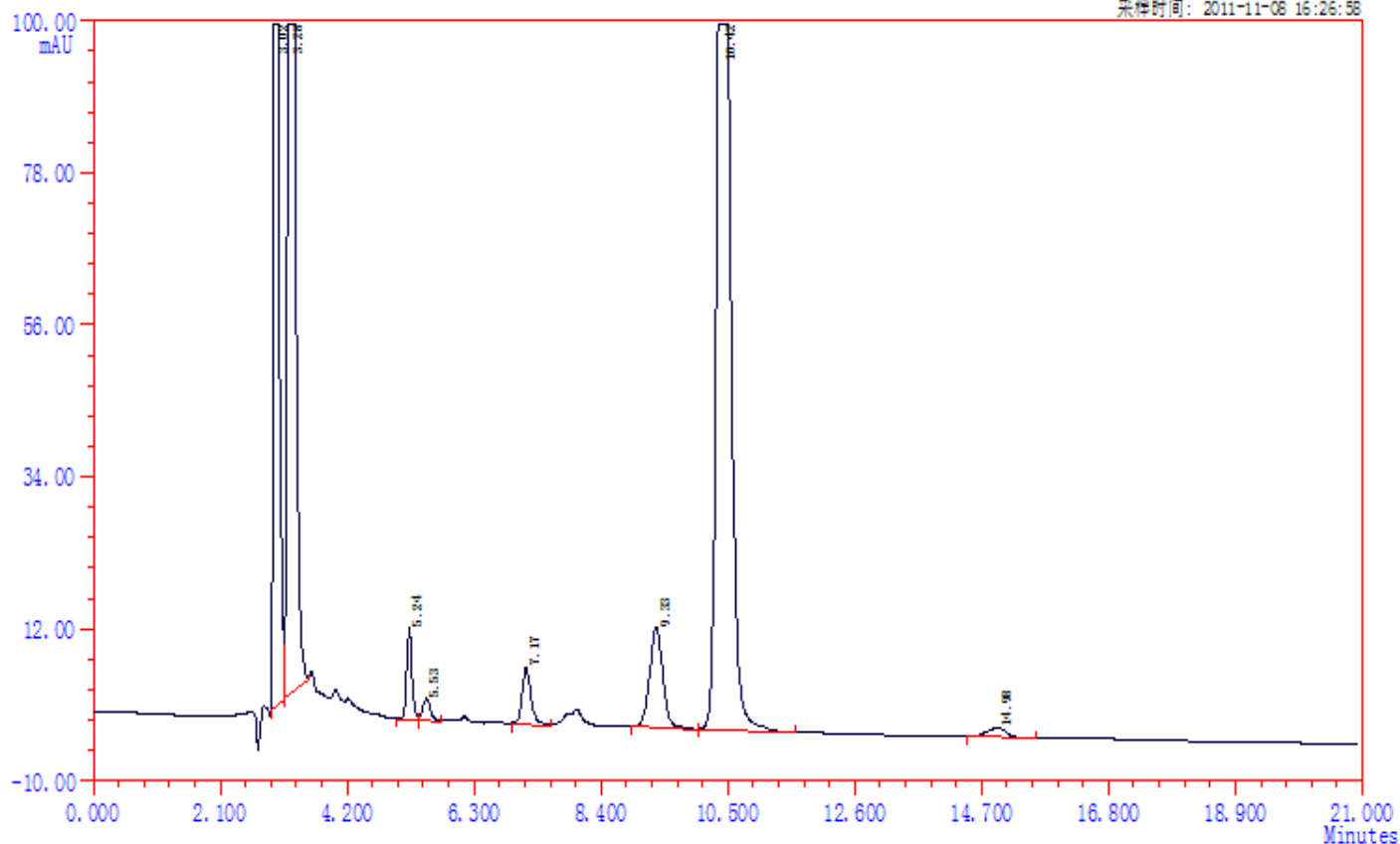
流速：1.0mL/min；

进样量：20 μ L。

供试品溶液配制，取本品 10 片，去除薄膜衣片，研细，精密称定 0.27g（约相当于利福平 60mg）置于 100ml 的量瓶中，加流动相溶解稀释至刻度摇匀，再精密量取 5ml，置 50ml 的量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤既得；

### 三. 谱图及数据

1.



| ID | 保留时间   | 峰高     | 峰面积      | 浓度       | 半峰宽   | 分离度   | 理论塔板  | 拖尾因子 | 组分名 |
|----|--------|--------|----------|----------|-------|-------|-------|------|-----|
| 1  | 3.020  | 33180  | 145980.7 | 16.714   | 4.14  | 0.00  | 10626 | 1.73 |     |
| 2  | 3.276  | 96630  | 460752.8 | 52.753   | 4.48  | 2.10  | 10649 | 1.65 |     |
| 3  | 5.236  | 1354   | 8268.2   | 0.947    | 5.74  | 13.54 | 16587 | 0.84 |     |
| 4  | 5.528  | 314    | 2756.4   | 0.316    | 8.25  | 1.47  | 8945  | 1.33 |     |
| 5  | 7.173  | 834    | 8661.5   | 0.992    | 9.76  | 6.45  | 10761 | 1.35 |     |
| 6  | 9.331  | 1451   | 22104.7  | 2.531    | 14.32 | 6.33  | 8463  | 1.00 |     |
| 7  | 10.417 | 16206  | 221654.6 | 25.378   | 12.86 | 2.82  | 13084 | 1.51 |     |
| 8  | 14.978 | 145    | 3228.4   | 0.370    | 20.93 | 9.53  | 10208 | 0.84 |     |
|    |        | 150114 | 873407.2 | 100.0000 |       |       |       |      | Σ:  |

#### 四. 液相方法条件

具体方法：（调整后）

色谱柱：Ultimate®XB-CN，4.6×250mm，5 μ m；

检测波长：254nm；

流动相：以 0.01mol/L 庚烷磺酸钠溶液（称取庚烷磺酸钠 2.0225g，加水 1000ml 溶液，用磷酸调节 pH 至 1.85）-乙腈=54:46；

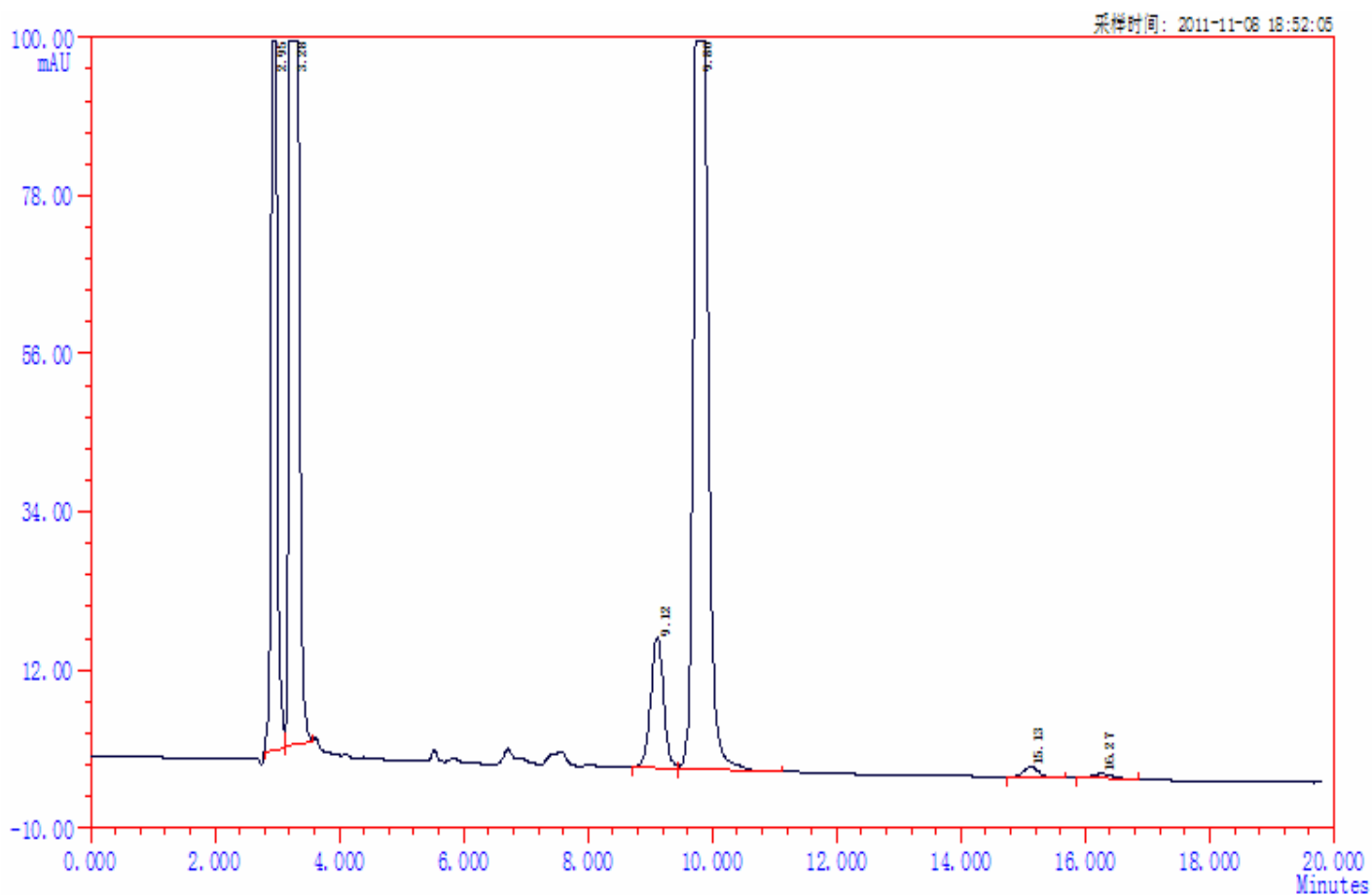
温度：30 度；

流速：1.0mL/min；

进样量：20 μ L。

供试品溶液配制，取本品 10 片，去除薄膜衣片，研细，精密称定 0.27g（约相当于利福平 60mg）置于 100ml 的量瓶中，加流动相溶解稀释至刻度摇匀，再精密量取 5ml，置 50ml 的量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤既得；

#### 五：测试图谱



| ID | 保留时间   | 峰高     | 峰面积      | 浓度       | 半峰宽   | 分离度   | 理论塔板  | 拖尾因子 | 组分名 |
|----|--------|--------|----------|----------|-------|-------|-------|------|-----|
| 1  | 2.950  | 32231  | 137926.9 | 17.181   | 4.02  | 0.00  | 10721 | 1.26 |     |
| 2  | 3.277  | 82297  | 421160.8 | 52.463   | 4.81  | 2.61  | 9248  | 1.24 |     |
| 3  | 9.122  | 1821   | 26344.7  | 3.282    | 13.60 | 22.41 | 8967  | 0.90 |     |
| 4  | 9.798  | 16334  | 213168.3 | 26.554   | 12.27 | 1.85  | 12715 | 1.50 |     |
| 5  | 15.130 | 145    | 2534.5   | 0.316    | 16.43 | 13.11 | 16900 | 0.91 |     |
| 6  | 16.273 | 74     | 1634.8   | 0.204    | 20.77 | 2.17  | 12240 | 0.91 |     |
|    |        | 132902 | 802770.1 | 100.0000 |       |       |       |      | Σ:  |

结论: 吡嗪酰胺和异烟肼在酸性条件越强的情况下分离度越好, 改变色谱条件后, 分离度符合要求;

## 异烟肼与吡嗪酰胺分离度考察

### 一. 样品描述:

本品为薄膜衣片，除去包衣后显橙红色或红色；

### 二. 液相方法条件

方法来源：中国 2010 版药典，二部 P299；

具体方法：（调整后）

色谱柱：Ultimate®XB-C18，4.6×250mm，5 μ m；

检测波长：254nm；

流动相：磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 80.0g 与磷酸氢二钾 15.3g，加水溶解并稀释至 1000ml，摇匀）-甲醇-水（10:5:85）；

温度：30 度；

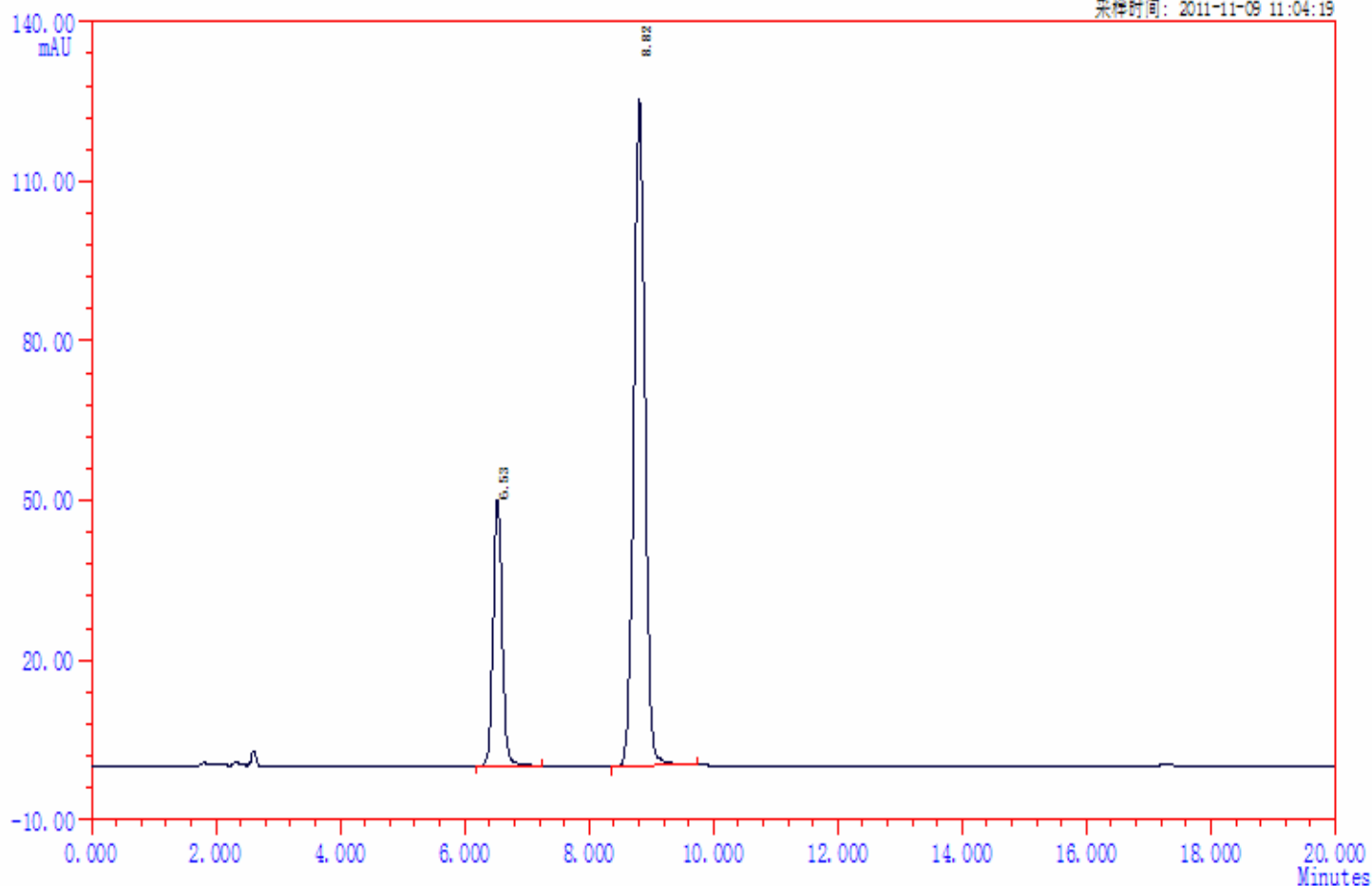
流速：1.5mL/min；

进样量：20 μ L。

供试品溶液配制，取本品 10 片，去除薄膜衣片，研细，精密称定 10mg 置于 100ml 的量瓶中，加流动相溶解稀释至刻度摇匀，既得；

### 三. 谱图及数据

1.



| ID | 保留时间  | 峰高    | 峰面积      | 浓度       | 半峰宽   | 分离度  | 理论塔板  | 拖尾因子 | 组分名 |
|----|-------|-------|----------|----------|-------|------|-------|------|-----|
| 1  | 6.532 | 4992  | 49903.5  | 24.157   | 9.40  | 0.00 | 9630  | 1.45 |     |
| 2  | 8.819 | 12539 | 156679.4 | 75.843   | 11.75 | 7.63 | 11235 | 1.28 |     |
|    |       | 17531 | 206583.0 | 100.0000 |       |      |       |      | Σ:  |

结论: 药典规定异烟肼与吡嗪酰胺峰的分度大于 4.0; 检测结果符合实验要求;