

# 高效液相色谱法在胃肠类药物检验中的应用有效性探讨

周爱然

(齐鲁制药有限公司 山东 济南 250100)

**摘要:**目的:对高效液相色谱法在胃肠类药物检验中的应用有效性予以探讨,以便于探究有效的检验方法。方法:选取奥美拉唑、雷贝拉唑、兰索拉唑、泮托拉唑几种胃肠类药物样本各两份,分别对所选取样本采用两种不同的方法检验,将薄层色谱(TLC)检测结果作为对照组,高效液相色谱法检测结果作为观察组,对比两组的产品分离率、回收率及纯度。结果:观察组所有样本的纯度、分离率及回收率明显高于对照组,  $P < 0.05$  差异有统计学意义。结论:将高效液相色谱法应用于胃肠类药物检验当中,具有很好的分离效果,能够有效提升提取物的产品回收率及纯度,是一种值得在实际应用中推广的检验方法。

**关键词:** 胃肠类; 高效液相色谱法; 药物检验; 有效性

作为色谱法的重要分支之一,高效液相色谱法是借助于高压输液泵将流动相注入到固定实验色谱柱当中,之后借助于进样阀注入检测样品,该检测方法在当前的样品检验当中具有非常广泛的应用,且具有检测迅速、效率高等诸多的优点<sup>[1]</sup>。除了能够完成药物成分分离分析之外,还可以开展药物的定量与定性分析,这使得其相对于其他有检验方法具有非常大的优势<sup>[2]</sup>。本文就主要对高效液相色谱法在胃肠类药物检验中的应用有效性予以探讨,现将结果报告如下:

## 1 资料与方法

### 1.1 一般资料

选取奥美拉唑、雷贝拉唑、兰索拉唑、泮托拉唑几种胃肠类药物样本各两份,分别对所选取样本采用两种不同的方法检验,将薄层色谱(TLC)检测结果作为对照组,高效液相色谱法检测结果作为观察组。

### 1.2 方法

应用磷酸盐应为分析纯,乙腈与甲醇应为色谱纯,并要准备一定量的超纯水。

检验过程中所应用液相色谱仪为 Alilent 1100,选择色谱柱型号为 C18,并要应用到 10 $\mu$ L 定量管进样器。混合对照溶液的配制方法为:称取适量的奥美拉唑、雷贝拉唑、兰索拉唑、泮托拉唑几种胃肠类药的化学药品,在同一个量瓶当中放置,之后向其中加入一定量的甲醇溶液进行溶解稀释,一直到刻度线,充分摇匀处理之后,取续滤液,所制出浓度约为 0.5mg/ml 的混合对照溶液。

观察组为高效液相色谱法分析,选取适量的样品量,在应用检测仪器开展检测之前准备好磷酸盐溶液、甲醇与乙腈,配置好比例,将流速设置为 1.0ml/min,将柱温设置为 30 摄氏度,进样体积设置为 10 $\mu$ L,波长设置为 280nm,之后严格按照相关药品检验步骤开展检验工作,并要将所得之数据准确记录。

### 1.3 观察指标

对比两组的产品分离率、回收率及纯度。分离率=分离样本数/总样本数 $\times 100\%$ ,回收率=成功回收样本数/总样本数 $\times 100\%$ 。

### 1.4 统计学分析

处理相关数据,计数、计量资料分别实施卡方、t 检验,以  $P < 0.05$  为差异有统计学意义。

## 2 结果

观察组所有样本的纯度明显高于对照组,  $P < 0.05$  差异有统计学意义。见表 1:

表 1 两组样本的纯度比较

组别	奥美拉唑	雷贝拉唑	兰索拉唑	泮托拉唑
观察组	91.43	91.52	94.64	97.59
对照组	88.51	87.36	89.63	90.11
P	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05

观察组所有样本的分离率明显高于对照组,  $P < 0.05$  差异有统计学意义。见表 2:

表 2 两组样本的分离率比较

组别	奥美拉唑	雷贝拉唑	兰索拉唑	泮托拉唑
观察组	97.25	92.69	98.31	96.37
对照组	86.32	87.51	88.56	90.12
P	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05

观察组所有样本的回收率明显高于对照组,  $P < 0.05$  差异有统计学意义。见表 3:

表 3 两组回收率比较

组别	奥美拉唑	雷贝拉唑	兰索拉唑	泮托拉唑
观察组	96.15	96.57	95.36	95.47
对照组	82.66	84.33	87.12	88.72
P	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05

## 3 讨论

高效液相色谱法(HPLC)就是以高压液体作为流动相的液相色谱分析法。HPLC 是上世纪七十年代初发展起来的一种新型色谱分离分析技术,此技术具有选择性好、分离效能高、灵敏度高、分析速度快等优点,且适用范围比较广,所分析的样品无需气化,只需要制作成溶液即可分析,适用于沸点高、热不稳定有机及生化试样的分离分析<sup>[3]</sup>。HPLC 是利用高压泵将有一定极性的单一容积或不同比例的混合剂置入填充剂的色谱柱,样品由进样阀进入,被流动相带入色谱柱内进行分离,再依次进入检测器内,由数据处理系统、记录仪等记录色谱信号,再对数据进行处理分析,从而得到结果。高效液相色谱法按照固定相不同可分为液固色谱法和液-液色谱法;根据色谱原理的差异可分为吸附色谱法及分配色谱法,前者为液-固色谱,后者为液-液色谱等。当前,应用最广泛的为化学键合相色谱,它是在液-液色谱法的基础上经改进而发展起来的方法。将固定液的官能团键合在载体上,形成固定相,具有固定液不流失的特点,称为化学键合相,包括分配和吸附两种功能,通常以分配功能为主。C18 是最常用的化学键合相。依据流动相遇固定相极性的不同,液-液色谱法又分为正、反相色谱法,当流动相极性大于固定相极性,称之为反相色谱法;当流动相极性小于固定相极性,称之为正相色谱法,前者多用于非极性物质或中等极性物质的分离分析中,后者多用于极性物质的分离分析中<sup>[4]</sup>。LC 法主要用于制备,若用于分析,可采用脱机或非连续检测。LC 填料缺陷,粒度打,不规则,范围宽,不容易填充均匀,传质及扩散阻力大,谱带展宽加大,存在致命弱点,效率低、速度慢,灵敏度低。而 HPLC 填料颗粒细,直径范围窄,抗压力高,分离效率高,灵敏度高,达到传质阻力小。早期 HPLC 的固定相用涂渍的方法进行制备,和 GC 一样,液膜厚度  $d_f$  大,大大降低了色谱柱的柱效,现代 HPLC 填料多使用键合固定相,膜很薄,提高了柱效<sup>[5]</sup>。HPLC 是在气相色谱及经典液相色谱的基础上发展起来,此技术与经典液相色谱没有本质的区别,仅仅是现代液相色谱比经典液相色谱更加高效,实现了自动化操作,其原理也与经典液相色谱相同,但采用了高效色谱柱、高压输液泵以及灵敏度高的检测器,因此, HPLC 分离效率、灵敏度、

分析速度大大提升,定量准确,结合计算机技术,使 HPLC 成为智能化、自动化的现代分析仪器<sup>[6]</sup>。

HPLC 法在药品含量的测定中得到广泛应用,可获取更准确、更可靠、快速的检验结果,如在吡罗昔康含量的检测中,由于此药属于酰胺类化合物,易水解和氧化,导致水溶液化学性质不稳定,HPLC 法进行测定,可选择 0.01mol/L 的盐酸甲醇作为溶剂,可增加吡罗昔康溶液的稳定性,也可增加样品溶解性,保证了检测质量。HPLC 在四环素类抗生素的测定中,可对其立体异构体进行分离测定;在螺旋霉素发酵液的测定中,可测出有机酸种类和含量,为螺旋霉素的药理机制奠定基础;在测定盐酸三甲唑啉时,测定其含量,采用乙腈将高分子物质析出,可解决高分子物质堵塞液相柱的问题,减少给检测带来的干扰。在临床使用抗生素类的应用中,可对患者出现不良反应的杂质进行限量控制,如在氨苄西林丙磺舒分散片中进行杂质定量分析,可用 HPLC 法测定,短时间内将药品主要成分和降解产物进行分离,以控制药品中杂质的含量,保证抗生素药效<sup>[7]</sup>。

现代人节奏加快,工作压力大,胃肠疾病已经成为严重困扰大众的健康问题,因此,胃肠类药物应用也越来越广泛,而长期使用会产生一些毒副作用,因此,人们更加青睐于不良反应少的胃肠类药物。奥美拉唑、雷贝拉唑、兰索拉唑、泮托拉唑是常用的四种治疗胃溃疡药物,这些常见的胃肠类药物患者常因为服用过量而导致中毒,或者误服,在抢救的同时,需快速准确的鉴定和检测此类药物中的成分<sup>[8]</sup>。薄层色谱(TLC)是将适宜的固定相涂布于玻璃板、铝基片或塑料上,成为一均匀的薄层,根据比移值与适宜对照物按同色法得出色谱图的比移值进行对比,用于鉴别药品杂质或含量的测定方法,是快速分离和定性分析少了物质的实验技术,在合成药物和天然药物中应用非常广泛,一次就可以把每一类的多种化合物很好的分开,药物代谢产物样品经预处理后用薄层分析即可进行测定,但有时候因为含量较少,灵敏度不高<sup>[9]</sup>。通过查阅文献,本研究建立了两种测定这五类药物的方法,为中毒药物的筛选及治疗药物的监测提供更为灵敏的分析方法。以往文献中对于此类药物的研究较少,但也有类似研究,但方法以液相色谱梯度洗脱,出峰时间慢,对仪器性能的要求也比较高,在基层药检机构应用较为限制,不利于快速筛查。本研究采用 HPLC 法,利用此方法检测这些药物的分离率、回收率及纯度,并与薄层色谱(TLC)检测结果进行对

比<sup>[10]</sup>。通过本文研究结果可知,观察组所有样本的纯度、分离率及回收率明显高于对照组,  $P < 0.05$  差异有统计学意义。由此可见,将高效液相色谱法应用于胃肠类药物检验当中,具有很好的分离效果。这为治疗药物监测及中毒药物分析提供了可能。

综上所述,将高效液相色谱法用在胃肠类药物的检验中,能够有效提升提取物的产品回收率及纯度,是一种值得在实际应用中推广的检验方法。

#### 参考文献

- [1] 张洪秀. 高效液相色谱法在药品检验中的应用效果评价[J]. 化工管理, 2016(3):210-210. DOI:10.3969/j.issn.1008-4800.2016.03.187.
- [2] 陈亚. 高效液相色谱法在药品检验中的应用效果评价[J]. 城市建设理论研究(电子版), 2016(10):3324-3324. DOI:10.3969/j.issn.2095-2104.2016.10.324.
- [3] 赵伟. 高效液相色谱法在药品检验中的应用和效果分析[J]. 自我保健, 2021(10):92.
- [4] 段雯利,王新科. 高效液相色谱法在药品检验中的应用效果观察及有效性分析[J]. 中国医药工业杂志, 2021,52(10):1408.
- [5] 袁文彬. 超高效液相色谱法应用于利福平药物检验效果及价值分析[J]. 药品评价, 2019,16(20):74-75. DOI:10.3969/j.issn.1672-2809.2019.20.039.
- [6] 叶六平,孙磊,王明娟,等. 等效色谱柱选择在大黄和补骨脂多成分高效液相色谱分析中的应用[J]. 药物分析杂志, 2015,35(6):945-953. DOI:10.16155/j.0254-1793.2015.06.01.
- [7] 吕亚兰. 高效液相色谱法在药品检验中的应用[J]. 临床合理用药杂志, 2021,14(8):155-156. DOI:10.15887/j.cnki.13-1389/r.2021.08.068.
- [8] 刘丽. 高效液相色谱法在药品检验中的应用[J]. 饮食保健, 2021(13):250.
- [9] 鲁珍娥,裴娟,鲁彩彩,等. 高效液相色谱法在药品检验中的应用和效果[J]. 生物化工, 2020,6(6):170-172. DOI:10.3969/j.issn.2096-0387.2020.06.047.
- [10] 王妍,宋国珍,金绍杰,等. 高效液相色谱法在药品检验中的特点和价值分析[J]. 养生保健指南, 2020(52):94.