

定其有效成分,尽可能多的监测这些品种,保证广大农民患者用到价廉质优的药品。

参考文献

- [1] 化学药品地方标准上升国家标准 第十一册 2002;11-1 页  
[2] 中国药典 1963;139 页

## HPLC 法测定醋酸地塞米松软膏的含量

屈颖 高娟 左文坚(天津市药品检验所 天津 300070)

**摘要** 目的:用 HPLC 法测定醋酸地塞米松软膏含量的方法;方法:色谱柱为 Diamonsil-C<sub>18</sub>柱(150mm×4.6mm,5μm),以甲醇-水(66:34)为流动相,检测波长为 240nm,流速:1.0ml/min,柱温:35℃。结果:醋酸地塞米松浓度在 3.68~32.19μg/ml 范围内有良好的线性关系,回归方程:Y=2.968×10<sup>3</sup>X-1.096×10<sup>2</sup>(r=0.99999),其平均回收率为 100.4%,RSD=0.98%(n=9)。结论:该方法简单、快速、准确、灵敏度高。

**关键词** HPLC 法;醋酸地塞米松软膏;含量测定

## Determination of Dexamethasone Acetate Ointment by HPLC

Qu Ying, Gao Juan, Zuo Wenjian(Tianjin Institute for Drug Control, Tianjin 300070)

**Abstract Objective:** An HPLC method was established for content determination of Dexamethasone Acetate Ointment. **Method:** A Dikma ODS(150mm×4.6mm,5μm)column was used with a mobile phase consisted of the mixture of methanol and water(66:34)at a flow rate of 1.0ml/min and detective wavelength at 240nm. Column temperature was 35℃. **Results:** The standard curve was linear over the range of 3.68~32.19μg/ml and regression equation of Dexamethasone Acetate was Y=2.968×10<sup>3</sup>X-1.096×10<sup>2</sup>, r=0.99999. The average recovery was 100.4% with RSD 0.98%(n=9). **Conclusion:** This method appeared to be simple, rapid, accurate and high sensitivity.

**Key words** HPLC; Dexamethasone Acetate Ointment; Content Determination

醋酸地塞米松为肾上腺皮质激素。具有抗炎、抗过敏作用<sup>[1]</sup>。《中国药典》2000 年版二部<sup>[2]</sup>收载的醋酸地塞米松软膏,其含量测定采用以异烟肼试液为显色剂的比色法,该方法较为烦琐,显色时间的长短对试验结果影响较大。经方法学验证,本文建立了反相高效液相色谱法测定醋酸地塞米松软膏含量,方法快速、准确、精密度好。

### 一、仪器与试剂

Shimadzu LC-10Avp 高效液相色谱仪、C-R7A 数据处理机;METTLER AE 100 天平;ULTRA-TURRAX T25 型匀浆机;FRIGOMIXU 水浴。

醋酸地塞米松对照品色谱纯度为 99.2% 由中国药品生物制品检定所提供

醋酸地塞米松软膏 由天津某药业集团有限公司生产提供,批号:030301、030302 和 030303,规格为 10g:5mg。

甲醇为色谱纯 水为高纯水。

### 二、试验方法与结果

#### 1. 色谱条件

色谱柱:Diamonsil™(钻石)C<sub>18</sub>柱(150mm×4.6mm,5μm);以甲醇-水(66:34)为流动相,流速:1.0ml/min,检测波长:240nm,柱温:35℃,灵敏度:0.15AUFS。

#### 2. 线性关系试验

精密称取醋酸地塞米松对照品 10.73mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,分别加甲醇稀释制成浓度为 3.68, 5.36, 10.73, 16.10, 21.46, 26.82 和 32.19μg/ml 的系列溶液,分别精密量取上述溶液 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图;以对照品浓度为横坐标(X),以对照品峰面积为纵坐标(Y),得回归方程为 Y=2.968×10<sup>3</sup>X-1.096×10<sup>2</sup> r=0.99999(n=7)。结果表明,醋酸地塞米松浓度在 3.68~32.19μg/ml 范围内呈良好线性。

### 3. 加样回收率试验

取同一批样品 1.0g, 共 9 份, 精密称定, 分别精密加醋酸地塞米松的甲醇溶液(100 $\mu$ g/ml) 4, 5 和 6ml (每个浓度 3 份), 分别精密加甲醇 46, 45 和 44ml (最后体积为 50ml) 配制成相当于 80%, 100% 和 120% 三个浓度的溶液, 按样品测定项下方法测定, 结果表明: 醋酸地塞米松的平均回收率为 100.4%, RSD 为 0.98% (n=9)。

### 4. 精密度试验

取含量测定的供试品溶液连续进样 6 次, 按峰面积计算, 醋酸地塞米松的 RSD 为 0.37% (n=6)。

### 5. 重复性试验

取同一批号醋酸地塞米松软膏 6 份, 精密称定, 照样品测定项下方法测定, 测得醋酸地塞米松的含量为 100.6%, RSD 为 1.64% (n=6)。

### 6. 稳定性试验

取含量测定供试品溶液, 在室温分别放置 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 15 和 24 小时后测定, 按醋酸地塞米松峰计算的 RSD 值为 0.36%。结果表明: 本品在 24 小时内基本稳定。

### 7. 样品测定

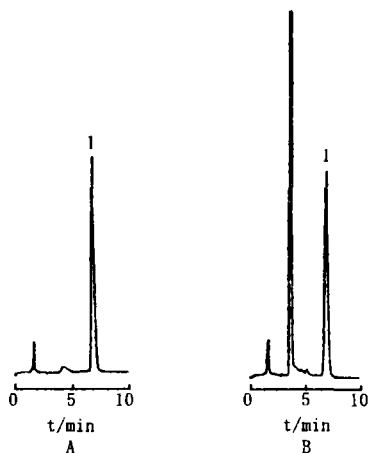


图 1 对照品(A)及样品(B)色谱图

1 醋酸地塞米松

取本品适量(约相当于醋酸地塞米松 0.5mg), 精密称定, 精密加甲醇 50ml, 用匀浆机以 9500r/min

搅拌 30s 后, 于冰水浴中放置 1h, 经 0.45 $\mu$ m 有机滤膜滤过, 弃取初滤液 5ml, 取续滤液作为供试品溶液。另取醋酸地塞米松对照品适量, 用甲醇稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液, 作为对照品溶液。分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20 $\mu$ l, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图, 按外标法以峰面积计算, 即得。三批样品的测定结果分别为 100.6%, 95.7% 和 95.2%, 见图 1

## 三、讨论

### 1. 流动相的选择

参照《中国药典》2000 年版二部醋酸地塞米松含量测定项下方法, 采用甲醇-水(70:30)为流动相, 发现基质对主成分有干扰, 经试验用甲醇-水(66:34)作为流动相, 分离效果良好。

### 2. 样品浓度的选择

分别称取醋酸地塞米松软膏 1.0g 和 1.5g 进行试验, 结果表明, 样品取量为 1.0g 时, 实验结果优于取样 1.5g 的结果。

### 3. 样品前处理方法的选择

3.1 用流动相溶解样品不佳, 改为甲醇溶解样品。使用匀浆机搅拌, 并进行了 10s、20s、30s、40s、50s 和 60s 不同搅拌时间的比较, 测得结果基本一致, 故选择搅拌时间 30s。

3.2 样品在甲醇溶液中经 9500r/min 搅拌 30s 后形成均一混悬液, 直接用 0.45 $\mu$ m 有机滤膜滤过, 不能完全去除基质, 而且澄清的续滤液在室温放置一段时间后变浑浊, 基质析出, 采用将经 9500r/min 匀浆搅拌 30s 后的溶液, 置冰水浴中, 冷冻后再用 0.45 $\mu$ m 有机滤膜滤过, 该续滤液在室温放置 24 小时, 未再显浑浊, 并进行了 0.5, 1.0 和 3.0h 不同冷冻时间比较试验, 结果表明冷冻 1h 以上含量测定结果基本一致。试验中选用 0.45 $\mu$ m 有机滤膜滤过, 经试验该滤膜不干扰测定。

## 参考文献

- [1] 新编药理学. 第 15 版, 北京: 人民卫生出版社, 2003: 570
- [2] 中国药典 2000 年版二部: 1020

## HPLC 测定解毒降脂片中白藜芦醇的含量

李萍 周娟 张蕾 (四川省药品检验所 成都 610036)

**摘要** 目的: 控制解毒降脂片的质量。方法: 采用高效液相色谱法测定白藜芦醇的含量。结果: 分离度好; 含量测定线性范围