

HPLC法同时测定肤康软膏中地塞米松和酮康唑的含量

广州市珠江医院药材科 (广州 510282) 邹恒琴 季爱民 张忠义

摘要 本文以N-(对溴苯基)-2-氨基-4H,5H-噻唑为内标,同时测定了肤康软膏中地塞米松和酮康唑的含量。本法操作简单,灵敏度高,准确度高。测定酮康唑的回收率为97.3%,RSD=0.65%;测定地塞米松的回收率为95.8%,RSD=0.72%。

关键词 HPLC,软膏,酮康唑,地塞米松

肤康软膏在临床上治疗各种体癣,过敏性皮炎等多种皮肤病,疗效较好。该软膏主要成份为酮康唑、地塞米松。目前,同时测定酮康唑和地塞米松含量的方法未见报道。本文参考有关文献^[1],以N-(对溴苯基)-2-氨基-4H,5H-噻唑为内标,采用HPLC法同时测定了软膏中酮康唑和地塞米松的含量。操作简便,灵敏度高,准确度高。

实验方法与结果

一、药品与仪器

地塞米松(法国(Roussel Uclaf药厂)
酮康唑(第二军医大学药剂教研室提供);内标(第二军医大学中西药研究室提供);肤康软膏(自制);岛津LC-6A高效液相色谱仪;岛津C-R4A数据处理仪。

二、色谱条件

色谱柱: Spherisorb C18 (25cm×4mm);灵敏度:0.01AUFS;检测波长:245nm;流动相:甲醇-磷酸盐缓冲液(pH7.6)(4:1);流速0.60ml/min。

三、测定方法

1. 基质处理与测定 称取不含地塞米松与酮康唑的空白基质2.0g放入小烧杯中,加入适量乙醇,稍加热使基质完全溶解,待冷却后过滤至50ml容量瓶中,如此反复两次,加乙醇至刻度,摇匀,用脂溶性微孔滤膜过

滤,弃去初滤液,取续滤液20μl进样,按上述色谱条件进行分析,结果见图1。

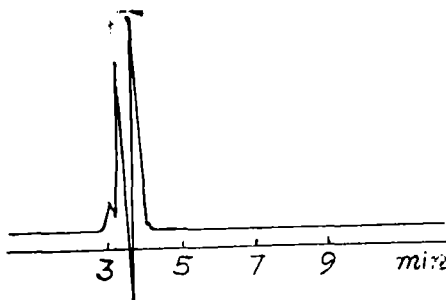


图1 空白基质峰

2. 肤康软膏中地塞米松与酮康唑测定 称取肤康软膏2.0g,加入内标50μg,用空白基质处理方法提取,样品进样后见图2,其中地塞米松tR=5.23min,内标tR=6.92min,酮康唑tR=8.63min。由图1,图2知,基质不影响含量测定。

四、肤康软膏的含量测定

1. 标准曲线 精密称取酮康唑51.43mg,地塞米松49.70mg,内标12.39mg,分别用乙醇配成50ml,50ml,25ml的贮备液。各吸取适量,配成混合标准溶液,其中内标溶液为9.912μg/ml。取20μl进样,测定峰高。以 $\eta(H_{\text{样}}/H_{\text{内}})$ 对X(浓度)进行线性回归。得酮康唑的回归方程为: $\eta = 0.0314 + 0.0470X$, $r = 0.9991$;地塞米松的回归方程为: $\eta = 0.3314 + 0.1115X$, $r = 0.9993$ 。由此可见酮康唑在10~32μg/ml和地塞米松在2~16μg/ml内浓度与峰高成线性关系。

2. 回收率实验 按处方称取基质、地塞米松及酮康唑,制成软膏。称2.0g样品,加

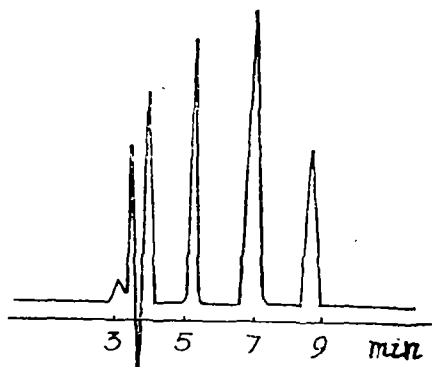


图2 肤康软膏的色谱图

1. 地塞米松 2. 内标 3. 酮康唑

内标, 按上述方法提取后测定。得酮康唑的回收率为 97.3%, RSD = 0.65%; 地塞米松的回收率为 95.8%, RSD = 0.72%, n = 5。

3. 肤康软膏的含量测定 称取不同批号

标号	标示量	
	酮康唑	地塞米松
920623	98.75	96.34
920711	99.10	95.17
920728	97.28	97.33

的肤康软膏各 2.0g, 加内标后按上述方法提取测定, 结果见表 1。

讨 论

1. 本文曾用紫外分光光度法测定肤康软膏的含量, 因软膏基质中组份质量时有差异, 测定结果误差较大, 而改用 HPLC 法后, 结果满意。

2. 肤康软膏中其它组份如薄荷, 樟脑在实验条件下未出现干扰峰, 不影响主药测定。

3. 本文中地塞米松回收率较低, 可能是由于软膏基质吸附地塞米松, 提取过滤时部分损失所致。

4. 用乙醇将样品在加热情况下溶解, 冷却后过滤, 这样既能使药物提取完全, 又不致在滤液中出现基质析出, 减少了对测定的干扰。

酮康唑标准品由第二军医大学药剂教研室蒋雪涛副教授提供, 特此致谢。

参 考 文 献

[1] 刘皋林, 高申, 周自永等. 高效液相色谱法测定酮康唑血药浓度及正常人药代动力学研究. 第二军医大学学报, 1988, 9(4): 329~333

· 告 读 者 ·

亲爱的订户:

本刊经国家新闻出版局批准, 更改刊名为《药学实践杂志》, 并由季刊改为双月刊, 国内正式刊号为 CN31-1685/R, 经本刊编委会研究决定, 自 1994 年下半年起正式改刊, 希望继续得到广大读者的支持与帮助。

另: 今年改刊后不再增收读者的订费。

本刊编辑部

1994 年 3 月