

# HPLC 法测定复方醋酸曲安奈德溶液中的醋酸曲安奈德与水杨酸含量

张中湖 孔佑华<sup>1</sup> 赵新静(山东省济宁市药检所 济宁 272145;<sup>1</sup>山东省济宁医学院 济宁 272145)

**摘要** 目的: 建立同时测定醋酸曲安奈德和水杨酸的方法。方法: 高效液相色谱法分离并紫外 254nm 检测。结果: 线性、精密度及回收率结果良好。结论: 本法可以完成该复方溶液中两组分的同时测定。

**关键词** 醋酸曲安奈德; 水杨酸; HPLC

## Determination of triamcinolone acetonide acetate and salicylic acid in the compound triamcinolone acetonide acetate solution by HPLC

Zhang Zhonghu, Kong Youhua, Zhao Xinjing (Institute of Drug Control Jining 272145)

**ABSTRACT OBJECTIVE:** To build up a method to determine triamcinolone acetonide acetate and salicylic acid simultaneously. **METHODS:** High performance liquid chromatography and ultraviolet detection at 254nm were used. **RESULTS:** Good linearity, precision and recovery were obtained. **Conclusion:** The two components in the solution can be determined concurrently.

**KEY WORDS** triamcinolone acetonide acetate, salicylic acid, high performance liquid chromatography

复方醋酸曲安奈德溶液是一种外用抗炎药品,其主要成分是醋酸曲安奈德(triamcinolone acetonide acetate)和水杨酸(salicylic acid),溶液中还含有月桂氮酮和丙二醇。现行药典标准<sup>[1]</sup>分别采用 HPLC 和 UV 法测定醋酸曲安奈德和水杨酸。本文采用 HPLC 法同时测定两种成分,采用 ODS 柱,以甲醇-水-乙酸为流动相,检测波长 254nm。测得结果重现性良好,精密度较高,可有效地对复方醋酸曲安奈德溶液进行质量控制。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器、药品与试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪; SPD-10A 紫外检测器, C-R7A 数据处理机。

醋酸曲安奈德、水杨酸、非那西丁(内标)对照品购自中国药品生物制品检定所; 甲醇为 HPLC 级; 乙酸为 AR 级。

#### 1.2 色谱条件

色谱柱: 岛津 Shim ODS-C<sub>18</sub> (4.6mm × 150mm, 粒径 5μm); 柱温 25℃; 理论塔板数 n 不低于 3000(以醋酸曲安奈德测得); 流动相为甲醇-水-乙酸(60:39:1); 流速 1ml/min; 检测波长 254nm; 灵敏度 0.05AUFS; 进样量 20μl。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 检测波长选择

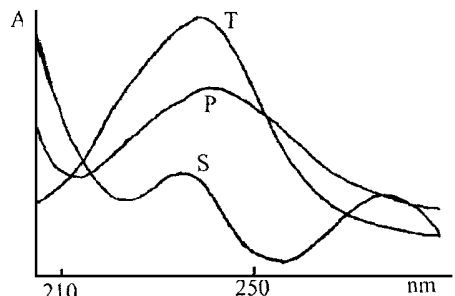


图1 醋酸曲安奈德(T)、水杨酸(S)与非那西(IP)的紫外光谱

醋酸曲安奈德(T)、水杨酸(S) 与非那西丁(P) 的紫外光谱见图 1。溶液中的月桂氮 酮和丙二醇等无紫外吸收, 不干扰检测。由图 1 可知,T 的  $A_{max} = 238\text{nm}$ ,  $254\text{nm}$  处的吸收也较大; 而 S 在  $254\text{nm}$  的吸收很小, 但因为 S 在处方中的比例是 T 的 20 倍,  $254\text{nm}$  仍能得到合适的吸收峰。本文在  $> 254\text{nm}$  处检测, T 的吸收峰太小; 而在  $< 254\text{nm}$  检测, S 的吸收峰峰又太大, 所以最终选定  $254\text{nm}$  作检测波长。

2.2 流动相选择

以甲醇-水(60:39)作流动相, 水杨酸与醋酸曲安奈德能实现基线分离, 但与内标未基线分离, 且拖尾严重; 加入 1% 乙酸后, 峰形明显改善, 分离度增加。

2.3 标准曲线

精取醋酸曲安奈德对照品约 10mg, 置 50ml 容量瓶中, 加流动相适量, 超声溶解, 再加适量内标溶液, 用流动相配制成 5.013, 10.026, 20.052, 30.078, 40.104 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的溶液; 精取水杨酸对照品, 类似地配成 98.31, 196.62, 393.24, 589.86, 786.48 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的溶液。分别将上述溶液注入高效液相色谱仪, 记录峰面积, 经分析: 醋酸曲安奈德在 5~40 $\mu\text{g}/\text{ml}$  范围内, 水杨酸在 98~768 $\mu\text{g}/\text{ml}$  范围内, 待测物/内标的峰面积比(Y)与浓(X)度间呈良好的线形, 回归方程分别为;

$$\begin{aligned} \text{醋酸曲安奈德: } Y &= 2.734X + 0.0121, \\ r &= 0.9999 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{水杨酸: } Y &= 11.62X + 0.0667, \\ r &= 0.9997 \end{aligned}$$

2.4 样品测定

取 3 批药品溶液, 各精密量取样品 10ml, 用流动相稀释至醋酸曲安奈德的标示量为 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 加入适量内标溶液, 混匀, 取 20 $\mu\text{l}$  进样, 计算峰面积比, 代入标准曲线, 测得样品中醋酸曲安奈德与水杨酸的含量, 见表 1。色谱图见图 2。

表 1 含量测定结果(标示量%)

样品	第 1 批	第 2 批	第 3 批
T	97.03 $\pm$ 1.47	94.81 $\pm$ 1.71	93.68 $\pm$ 1.43
S	97.39 $\pm$ 2.29	93.94 $\pm$ 2.11	93.16 $\pm$ 2.32

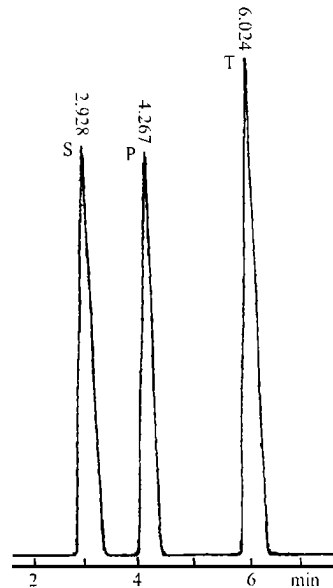


图 2 复方醋酸曲安奈德溶液的色谱图

2.5 精密度实验

取同一供试品溶液 20 $\mu\text{l}$ , 同法测定 6 次, 醋酸曲安奈德与水杨酸的 RSD 分别为 1.97%、2.73%。

2.6 加样回收实验

取第二批样品, 精密量取 5 份各 10ml, 加入醋酸曲安奈德和水杨酸对照品母液, 同法测定, 测得 5 次平均回收率为 97.8% (RSD = 2.14%)、97.3% (RSD = 3.27%)。

3 结论

应用本文建立的方法, 合理选择检测波长和流动相组成, 可以同时测定复方醋酸曲安奈德溶液中的醋酸曲安奈德和水杨酸, 方法简便快速。

参考文献

1 中华人民共和国卫生部部标准. 1997. 49~ 51

(收稿: 1999- 05- 17)