

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¹ 赵新静(山东省济宁市药检所 济宁 272145;¹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^[1]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-C₁₈ (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

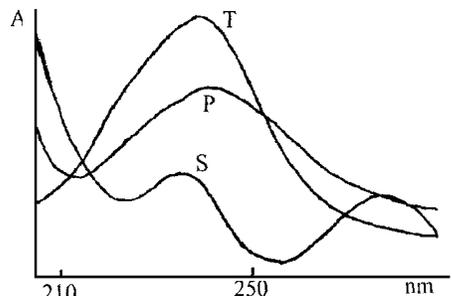


图 1 醋酸曲安奈德(T)、水杨酸(S)与非那西(P)的紫外光谱

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 $A_{max} = 238\text{nm}$, 254nm 处的吸收也较大; 而 S 在 254nm 的吸收很小, 但因为 S 在处方中的比例是 T 的 20 倍, 254nm 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 254nm 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 μl 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

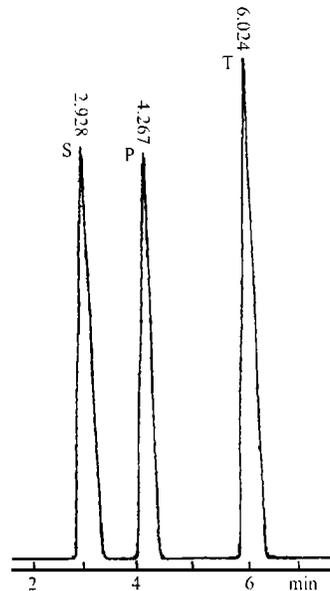


图 2 图方醋酸曲安奈德溶液的色谱图

2.5 精密度实验

取同一供试品溶液 20 μl , 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)