

HPLC 法测定高原康胶囊中氨茶碱、地塞米松磷酸钠和地西洋 3 组分的含量

娄子洋¹, 徐立², 汪学昭¹, 柴逸峰¹ (1. 第二军医大学药学院, 上海 200433; 2. 解放军第 113 医院, 宁波 315040)

摘要:目的: 建立同时测定高原康胶囊中氨茶碱、地塞米松磷酸钠、地西洋 3 组分含量的高效液相色谱法。方法: hypersil ODS 柱, 测定氨茶碱、地塞米松的流动相为甲醇-0.05mol·L⁻¹磷酸二氢钠溶液(55:45); 测定地西洋的为甲醇-0.05mol·L⁻¹磷酸二氢钠溶液(70:30)。流速 1.0ml·min⁻¹, 检测波长 240nm。结果: 线性范围: 氨茶碱 60~140μg·ml⁻¹, $r = 0.9995$; 地塞米松磷酸钠 4.8~11.2μg·ml⁻¹, $r = 0.9993$; 地西洋 16.8~39.2μg·ml⁻¹, $r = 0.9998$ 。精密性及回收率结果良好。结论: 本方法分离效果好, 方法简便、快速, 适用于该制剂 3 组分的同时测定。

关键词: 高效液相色谱法; 氨茶碱; 地塞米松; 地西洋

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2001)06-0352-02

Determination of aminophylline dexamethasone sodium phosphate, diazepam in gaoyuankang capsules by HPLC

LOU Zi-yang¹, XU Li¹, WANG Xue-zhao¹, CHAI Yi-feng¹ (1. School of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433, China; 2. No. 113 Hospital of PLA, Ningbo 315040, China)

ABSTRACT: To establish a method for determination of three constituents in Gaoyuankang capsules. **METHODS:** A hypersil ODS column with a mobile phase composed of methanol-phosphate buffer solution (55:45) was used. The detection wavelength was 240nm. **RESULTS:** The linear response range was as follows aminophylline 60~140μg·ml⁻¹ ($r = 0.9995$), dexamethasone sodium phosphate 4.8~11.2μg·ml⁻¹ ($r = 0.9993$), diazepam 16.8~39.2μg·ml⁻¹ ($r = 0.9998$). The recoveries of aminophylline, dexamethasone sodium phosphate, diazepam were 99.3%, 99.4%, 100.5%. **CONCLUSIONS:** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS: HPLC; aminophylline; dexamethasone sodium phosphate; diazepam

高原康是西藏军区总医院的自制制剂, 其主要成分为氨茶碱、磷酸地塞米松和地西洋, 主要用于治疗新入藏者的高原反应。处方中各单一药物及其制剂的含量测定方法已有较多报道^[1~3]。本实验采用高效液相色谱法, 分步提取分离测定了 3 种成分的含量, 为该制剂的质量控制与检测提供了一种准确、方便、科学的方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: Waters 515 泵, 2487 多波长紫外检测器; CDM C-4A 数据处理机(上海计算技术研究所); Rheodyne 7725i 进样器。

氨茶碱、地塞米松磷酸钠和地西洋对照品均购自中国药品生物制品检定所; 所用的试剂均为分析纯, 水为重蒸馏水。

高原康胶囊由西藏军区总医院提供, 每粒胶囊含氨茶碱 100mg、地塞米松磷酸钠 0.75mg、地西洋

2.5mg。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: hypersil ODS 柱(4.6×250mm, 10μ)。流动相 A: 甲醇-0.05mol·L⁻¹磷酸二氢钠溶液(55:45), 测定氨茶碱、地塞米松磷酸钠; 流动相 B: 甲醇-0.05mol·L⁻¹磷酸二氢钠溶液(70:30), 测定地西洋, 流速 1.0ml·min⁻¹, 检测波长 240nm, 进样量 20μl。

2.2 标准曲线制备与线性关系考察

取氨茶碱、地塞米松磷酸钠对照品适量, 精密称定, 用流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中含氨茶碱 500μg, 地塞米松磷酸钠 40μg 的溶液, 分别取 1.2、1.6、2.0、2.4、2.8ml 置 10ml 容量瓶, 加流动相 A 分别稀释至刻度, 摇匀, 测定。以峰面积 A、对照品溶液浓度 C 进行线性回归。

取地西洋对照品, 精密称定, 用甲醇溶解并稀释

制成每 1ml 中含地西洋 140 μ g 的溶液, 分别取 1. 2、1. 6、2. 0、2. 4、2. 8ml 置 10ml 容量瓶, 加流动相 B 分别稀释至刻度, 摇匀, 分别进样, 记录色谱图, 以峰面积 A 对浓度 C 进行线性回归计算。结果如下:

组份	回归方程	r	线性范围(μ g \cdot ml $^{-1}$)
氨茶碱	A= 56263C+ 735	0. 9995	60~ 140
地塞米松磷酸钠	A= 12765C+ 984	0. 9993	4. 8~ 11. 2
地西洋	A= 98149C+ 1748	0. 9998	16. 8~ 39. 2

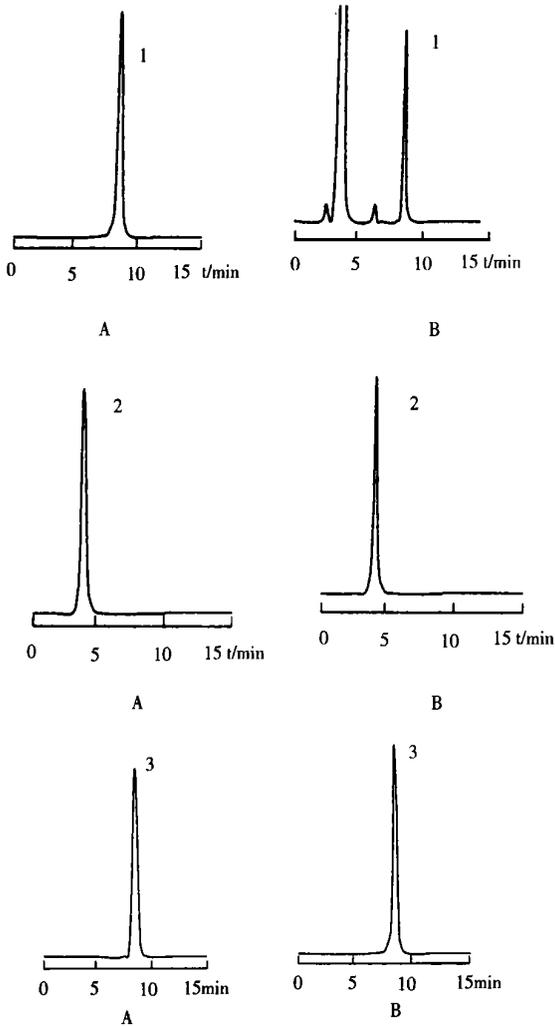


图 1 对照品(A)、样品(B)色谱图

1- 地塞米松磷酸钠 2- 氨茶碱 3- 地西洋

2. 3 精密度试验

分别取氨茶碱、地塞米松磷酸钠和地西洋对照品溶液高、中、低 3 个浓度样品进行测定, 日内精密度分别为: 氨茶碱 0. 9% ~ 1. 8%; 地塞米松磷酸钠 0. 8% ~ 1. 7%; 地西洋 1. 2% ~ 1. 9%。日间精密度分别为: 氨茶碱 1. 2% ~ 1. 9%, 地塞米松磷酸钠 1. 7% ~ 2. 3%, 地西洋 0. 8% ~ 1. 5%。

2. 4 回收率试验

按处方比例, 模拟配制样品, 分别精密称取氨茶碱、地塞米松磷酸钠和地西洋对照品适量, 照样品测

定项下操作, 在线性范围内配制高、中、低 3 个浓度 9 份样品进行测定, 结果 3 个浓度的回收率分别为: 氨茶碱 99. 3%, 100. 6%, 99. 1%, RSD 均小于 0. 9%; 地塞米松磷酸钠 99. 4%, 98. 8%, 98. 5%, RSD 均小于 1. 4%; 地西洋 100. 5%, 98. 2%, 98. 7%, RSD 均小于 1. 2%。

2. 5 样品测定

取本品 20 粒内容物, 精密称定, 混匀, 取约相当于 1 粒量两份, 精密称定, 分别置两个试管中。

2. 5. 1 地塞米松磷酸钠 于试管 1 中加蒸馏水 10ml, 超声提取 30min, 置分液漏斗中, 用水饱和氯仿萃取 3 次(10ml/ 次), 弃去氯仿层, 水层过滤后置 100ml 量瓶中, 并用流动相 A 洗涤分液漏斗及滤渣 3 次(5ml/ 次), 合并滤液后, 用流动相 A 定容至刻度, 摇匀, 配制成供试品溶液, 取供试品溶液 20 μ l 进样, 按外标法以峰面积计算样品含量, 即得。

2. 5. 2 氨茶碱 取地塞米松磷酸钠测定项下的供试品溶液 5. 0ml 置 50ml 量瓶中, 用流动相 A 稀释至刻度, 摇匀, 取此稀释液 20 μ l 进样, 按外标法以峰面积计算, 即得。

2. 5. 3 地西洋 于试管 2 中加甲醇 10ml, 超声提取 30min, 过滤后置 100ml 量瓶中, 用流动相 B 洗涤滤渣三次(5ml/ 次), 合并滤液后, 用流动相 B 定容至刻度, 摇匀, 取 20 μ l 进样, 按外标法以峰面积计算样品含量, 即得。

3 讨论

地西洋与氨茶碱、地塞米松磷酸钠的极性相差较大, 不能在同一个流动相条件下很好地分离测定, 故本实验采用两种流动相条件。

样品中几种成分含量差异较大(氨茶碱、地塞米松磷酸钠、地西洋含量比为 100 : 0. 75 : 2. 5), 由于氨茶碱、地塞米松磷酸钠两者浓度相差太大, 在同一个流动相条件测定下, 一次进样测定两个组分比较困难, 故先测定地塞米松磷酸钠的含量, 样品液稀释后再测氨茶碱的含量, 即可获得满意的结果。

测定氨茶碱、地塞米松磷酸钠时, 为了消除地西洋的干扰, 先以氯仿提取除去样品中的地西洋, 然后测定水溶液中的氨茶碱、地塞米松磷酸钠。

参考文献:

[1] 中国药典[S]. 二部. 2000. 222
 [2] 谭瑞成. HPLC 同时测定复方盐酸麻黄碱滴鼻液中 4 组分的含量[J]. 中国药学杂志, 1999, 32(2): 82.
 [3] 费艳秋. 反相高效液相色谱法测定气喘片中三组分的含量[J]. 中国医院药学杂志, 1999, 19(3): 147.