

表2 加样回收试验测定结果($n=3$)

样品 编号	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	RSD (%)
1	11.2	11.1	99.1	1.2
2	12.8	12.6	98.4	1.0
3	15.2	15.3	100.7	0.8

3 讨论

3.1 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷在乙醇溶液中不稳定,故配置溶液时以稀乙醇溶液,并且在测定时的对照品溶液用前应现配。

3.2 复方首乌补液中2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷的含量比较高,且在实验的测定条件下其HPLC峰不受杂质峰的干扰,测试结果比较准确,可控制复方首乌补液制剂质量。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂(第五册)[S]. 1998:113.

收稿日期:2005-03-29

复方醋酸地塞米松搽剂的含量测定

顾伟鹰,张和平,黄伟芬,顾洪军(上海市第七人民医院,上海 200137)

摘要 目的:建立复方醋酸地塞米松搽剂中樟脑和醋酸地塞米松的含量测定方法。方法:采用一阶导数光谱法于(305 \pm 1)nm波长处直接测定樟脑的含量;采用可见分光光度法于(485 \pm 1)nm波长处测定醋酸地塞米松的含量。结果:樟脑含量在1.62~3.22mg/mL浓度范围内,线性关系良好,相关系数 $r=0.9994$,平均回收率99.89%,RSD为0.34%。醋酸地塞米松含量在122.04~227.81 μ g/mL浓度范围内,线性关系良好,相关系数 $r=0.9997$,平均回收率99.18%,RSD为1.32%。结论:本方法简便、快速、准确,可用于复方醋酸地塞米松搽剂的质量控制。

关键词 一阶导数光谱法;可见分光光度法;复方醋酸地塞米松搽剂;樟脑;醋酸地塞米松;含量测定
中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2005)03-0167-03

Determination of compound dexamethason acetate liniment

GU Wei-ying, ZHANG He-ping, HUANG Wei-fen, GU Hong-jun (The Seventh People's Hospital of Shanghai, Shanghai 200137, China)

ABSTRACT **Objective:** To establish a quantitative analysis method for camphor and dexamethason acetate in compound dexamethason acetate liniment. **Methods:** The camphor was determined directly at 305nm by first derivative spectrometry. The dexamethason acetate was determined at 485nm by seeable spectrometry. **Results:** The calibration curve of camphor was linear in the range from 1.62 ~ 3.22mg/mL with $r=0.9994$, the average recovery and relative standard deviation were 99.89% and 0.34% respectively. The calibration curve of dexamethason acetate was linear in the range from 122.04 ~ 227.81 μ g/mL with $r=0.9997$, the average recovery and RSD were 99.18% and 1.32% respectively. **Conclusions:** The method is simple, rapid and accurate. It can be used to control the quality of compound dexamethason acetate liniment.

KEY WORDS first derivative spectrometry; seeable spectrometry; compound dexamethason acetate liniment; camphor; dexamethason acetate; determination of content

复方醋酸地塞米松搽剂为医院常用的外用标准制剂,具有抗炎、抗过敏及止痒作用,在《上海市医院制剂手册》^[1]第3版中,仅对樟脑和有机氟化物进行鉴别,目前尚未见有关该制剂含量测定方面的研究报道。为此,我们做了如下的实验研究。

1 仪器与试剂

日本岛津2450型紫外可见分光光度计。樟脑(厦门东风制药厂,批号020501);醋酸地塞米松(仙居制药有限公司,批号021205);复方醋酸地塞米松搽剂(本院自制,批号:040531,040810,041117);乙醇为分析纯。

2 方法和结果

2.1 测定波长的选择

2.1.1 樟脑 精称樟脑(干燥器内放置 24h) 1g, 加乙醇使溶解, 并定量稀释成浓度为 0.6mg/mL 的溶液; 精称干燥至恒重的醋酸地塞米松 0.03g, 加乙醇使溶解, 并定量稀释成浓度为 18 μ g/mL 的溶液; 二甲亚砜和丙二醇不经稀释, 以乙醇为空白, 于 200~400nm 波长范围内对上述 4 种溶液分别进行扫描, 见图 1; 并绘制一阶导数光谱图, 见图 2。从图 2 中可见, 樟脑在 305nm 波长处有峰零振幅值, 一阶导数光谱法能消除其他成分对其含量测定的干扰。

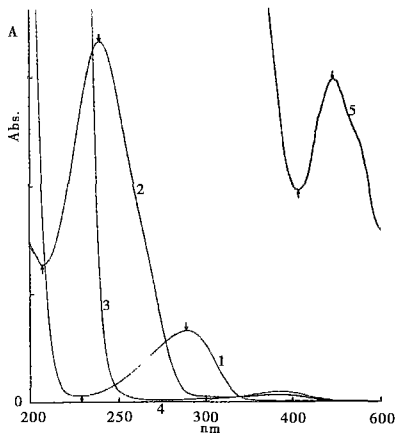


图 1 樟脑、醋酸地塞米松等紫外可见吸收光谱图

1 - 樟脑; 2 - 醋酸地塞米松; 3 - 二甲亚砜
4 - 丙二醇; 5 - 醋酸地塞米松反应液

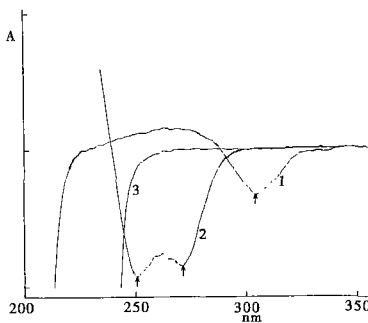


图 2 樟脑、醋酸地塞米松等一阶导数光谱图

1 - 樟脑; 2 - 醋酸地塞米松; 3 - 二甲亚砜

2.1.2 醋酸地塞米松 取定量稀释成 180 μ g/mL 的醋酸地塞米松溶液, 精密量取 1mL, 置干燥具塞试管中, 精密加乙醇 9mL 与氯化三苯四氮唑试液 1mL, 摇匀, 再精密加氢氧化四甲基铵试液 1mL, 摇匀, 在 25 $^{\circ}$ C 的暗处放置 40~50min, 以乙醇为空白, 于 200~600nm 波长范围内进行扫描, 见图 1, 可见在 485 nm 波长处有最大吸收, 与《中国药典》2000 版二部中“醋酸地塞米松注射液”的含量测定项下的吸收波长相一致^[2]。

2.2 樟脑标准曲线的制备 精称樟脑 1.0090g, 加乙醇使溶解, 并定量稀释成含樟脑 10.09mg/mL 的溶液。再精密吸取 4.0、5.0、6.0、7.0、8.0mL 分别置 25 mL 量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀。以乙醇为空白, 分别于 (305 \pm 1) nm 波长处, 用一阶导数光谱法测定峰零振幅 D 值。绘制 D 值对浓度 C 的标准曲线, 求得回归方程为 $D = 0.010\ 255C + 0.000\ 476$, $r = 0.999\ 4$ 。结果表明, 樟脑在 1.614 4~3.228 8mg/mL 范围内, 峰零振幅 D 值与浓度 C 线性关系良好。

2.3 樟脑回收率试验 按处方量配比, 准确配制一定量的复方醋酸地塞米松搽剂。按上述方法测定峰零振幅 D 值, 代入回归方程, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.89%, RSD 为 0.34%, 见表 1。

表 1 樟脑回收率试验结果 (n=5)

投入量 (mg/mL)	测得量 (mg/mL)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
2.036 5	2.030 1	99.69		
2.152 7	2.159 8	100.33		
2.856 2	2.861 2	100.18	99.89	0.34
2.961 0	2.952 5	99.71		
3.201 2	3.186 9	99.55		

2.4 醋酸地塞米松标准曲线的制备 精称醋酸地塞米松 0.101 7g, 加乙醇使溶解, 并定量稀释成含 2.034 μ g/mL 的溶液。再精密吸取 1.5、2.0、2.2、2.5、2.8mL 分别置 25 mL 量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀。各精密量取 1mL, 分别置干燥具塞试管中, 精密加乙醇 9mL 与氯化三苯四氮唑试液 1mL, 摇匀, 再精密加氢氧化四甲基铵试液 1mL, 摇匀, 在 25 $^{\circ}$ C 的暗处放置 40~50min, 以乙醇为空白, 分别于 (485 \pm 1) nm 波长处测定吸收度 A 值, 绘制 A 值对浓度 C 的标准曲线, 求得回归方程为 $A = 0.003\ 332C + 0.005\ 560$, $r = 0.999\ 7$ 。结果表明, 醋酸地塞米松含量在 122.04~227.81 μ g/mL 范围内, 吸收度 A 值与浓度 C 线性关系良好。

2.5 醋酸地塞米松回收率试验 按处方量配比, 准确配制一定量的复方醋酸地塞米松搽剂。按上述方法测定吸收度 A 值, 代入回归方程, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.18%, RSD 为 1.32%, 见表 2。

2.6 重现性和稳定性试验 取标准曲线制备项下的樟脑溶液 (2.018mg/mL) 和醋酸地塞米松溶液 (178.992 μ g/mL) 的反应液, 分别在 305nm 和 485 nm 波长处测定 D 值和 A 值, 连续测定 5 次, RSD 分别为 0.11% 和 0.20%。两种溶液分别于室温下 0、6、12h 测定, RSD 分别为 0.18% 和 0.35%。

表 2 醋酸地塞米松回收率试验结果 ($n=5$)

投入量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	测得量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
151.0	153.2	101.46		
166.1	163.3	98.31		
181.2	178.6	98.57	99.18	1.32
196.3	193.3	98.47		
211.4	209.5	99.11		

2.7 样品测定 樟脑:精密吸取样品液 7mL,置 25 mL 容量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀。以乙醇为空白,于(305 \pm 1)nm 的波长处,用一阶导数光谱法测定 D 值,代入回归方程,即可计算出浓度。醋酸地塞米松:精密吸取样品液 0.6mL,置干燥具塞试管中,精密加乙醇 9.4mL 与氯化三苯四氮唑试液 1mL,摇匀,再精密加氢氧化四甲基铵试液 1mL,摇匀,在 25 $^{\circ}\text{C}$ 的暗处放置 40~50min,以乙醇为空白,于(485 \pm 1)nm 波长处测定吸收度 A 值,代入回归方程,即可计算出浓度。结果见表 3。

表 3 样品含量测定结果

批号	樟脑 ¹ (mg/mL)	占标示量 (%)	醋酸地塞米松 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	占标示量 (%)
040531	2.69	96.07	176.89	98.27
040810	2.84	101.43	193.77	107.65
041117	2.76	98.57	186.37	103.54

3 结语

3.1 据文献^[3]记载,凡 C17 上具有 α, β -不饱和内酯结构-丁烯酸内酯的化合物,均能与碱和芳香硝基化合物生成在 480~495nm 之间具有紫红色特征最大吸收的络负离子。在本实验中,醋酸地塞米松反应液于 485nm 处有最大吸收。从图 2 中我们可以看到,樟脑仅在 305nm 处有最大峰零振幅,其他成分对其没有干扰,故选择 305nm 为樟脑的测定波长。

3.2 目前,国内还未见对复方醋酸地塞米松搽剂含量测定的研究报道。

通过以上实验表明,我们选择的含量测定方法准确易行,灵敏度高,值得推广。本实验中樟脑和醋酸地塞米松的含量是否可用 HPLC、GC 等方法测定,有待以后进一步探讨。

参考文献

- [1] 中国药学会上海分会. 上海市医院制剂手册 [M]. 第 3 版. 上海:上海科学技术出版社,1995:119.
- [2] 中国药典 2000 年版[S]. 二部. 2000:1020.
- [3] 马剑文,韩永平,沈克温主编. 现代药品检验学[M]. 北京:人民军医出版社,1997:560.

收稿日期:2005-02-18

反相高效液相色谱法测定人肝微粒体中帕洛诺司琼的含量

陈长水¹, 杨先启² (1. 宁波市中心血站; 2. 宁波市药品检验所, 浙江 宁波 315040)

摘要 目的:为了研究帕洛诺司琼的体外代谢,建立人肝微粒体中帕洛诺司琼的反相高效液相色谱测定法。方法:帕洛诺司琼与人肝微粒体共孵育之后,以 Nova-park C₁₈ (5 μm , 200 \times 4.6mm) 柱为分析柱,甲醇-0.01mol/L 磷酸二氢钾缓冲盐(80:20, v/v) 为流动相,流速 1.0mL/min,紫外检测波长为 240nm。结果:帕洛诺司琼在 5~100 $\mu\text{mol}/\text{L}$ 范围内线性关系良好($r=0.9998$)。检测限为 0.2 $\mu\text{mol}/\text{L}$ ($S/N\geq 3$),定量限为 1.0 $\mu\text{mol}/\text{L}$ ($RSD=4.81\%$, $n=3$)。方法回收率为 96.0%~103.0%,日内、日间 RSD 分别 <7.0% 和 <10% ($n=5$)。结论:此法简便,准确,可用于研究帕洛诺司琼的体外代谢。

关键词 帕洛诺司琼;反相高效液相色谱法;药物代谢;人肝微粒体

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2005)03-0169-03

Determination of palonosetron metabolism in human hepatic microsome by RP-HPLC

CHEN Chang-shui¹, YANG Xian-qi² (1. Ningbo blood center; 2. Ningbo Institute for Drug Control, Ningbo 315040, China)

ABSTRACT Objective: To establish a RP-HPLC method for determinate palonosetron in human hepatic microsomes. **Methods:** Palonosetron in human hepatic microsomal incubates was assayed on a Nova-park C₁₈ (5 μm , 200 \times 4.6mm) column with a mobile phase of

作者简介:陈长水(1969-),男,主管药师. Tel: (0574)87848243