

HPLC 测定睾酮乳膏中睾酮的含量

裴晓丽 钟郁葱 杜康平(太原 030045 山西省药物研究所)

摘要 采用 HPLC 测定睾酮乳膏中睾酮的含量,以甲醇-水(70:30)为流动相,波长 240nm,在 40~360 μ g/ml 范围内线性关系良好 $r=0.9999$,本法操作简便,回收率高。

关键词 睾酮乳膏;睾酮;HPLC;含量测定

Quantitative determination of testosterone in testosterone ointment by HPLC

Pei Xiaoli (Pei XL), Zhong Yucong (ZHONG YC), Du Kangpin (Du KP) (Institute of Pharmacology, Taiyuan 030045)

ABSTRACT The contents of testosterone in testosterone ointment were determined by HPLC with YWG-C₁₈ column (4.6 mm $\times$ 250mm). Mobile phase was methanol-water (70:30). Detected at 240 nm. The calibration curve was linear between 40 ~ 360 μ g/ml with a regression coefficient of 0.9999. The method is simple. The result is accurate.

睾酮乳膏是雄性激素的外用制剂,主要由睾酮、十八酸等几种成分组成,采用紫外法测定,其中某些成分干扰睾酮测定,且经分离后效果也不佳。采用高效液相色谱法测定,可将睾酮顺利检测出,且线性关系、重现性、精密度、回收率均较好。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:美国 Beckman 高效液相色谱仪(110B 输液泵,406 型紫外检测器,427 型数据处理机)。

1.2 试剂:甲醇(色谱纯),睾酮对照品(美国(Paddock Laboratory Inc))。

2 色谱条件

流动相:甲醇-水(70:30),色谱柱:YWG-C₁₈柱(ϕ 4.6mm $\times$ 250mm,上海申科),流速 1.0ml/min,波长 240nm,纸速 0.25mm/min,进样量 10 μ l。

3 线性范围及标准曲线

精密称取睾酮标准品 2mg,置于 100ml 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为睾酮标准溶液。分别吸取睾酮标准品溶液 2, 6, 10, 14, 18 μ l 进样分析,以峰面积为纵座标,以进样量为横座标,绘制标准曲线,其回归方程为:

$$Y = 4587964x + 7516, r = 0.9999$$

表明在 40~360 μ g/ml 范围内线性关系良好。

4 回收率试验

精密称取睾酮适量,按处方比例加入其它成分,配制模拟样品溶液,按“样品测定”项下操作,5 次结果平均值为 98.12%,RSD 为 0.84%。

5 精密度试验

取睾酮对照品,以甲醇溶解配成 0.02mg/ml 的溶液,精密吸取 100 μ l 进样,重复进样 6 次,测峰面积,计算 RSD 为 0.24%。

取睾酮乳膏,以甲醇溶解配成 2mg/ml 的睾酮溶液,精密吸取 10 μ l 进样,重复进样 6 次,测峰面积,计算 RSD 为 0.76%。

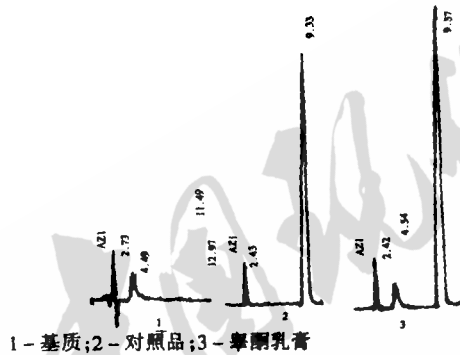
6 样品含量测定

取睾酮乳膏适量(约相当于睾酮 1.0mg),精密称定,置 25ml 的量瓶中,以甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密吸取 10 μ l 注入色谱柱,按外标峰面积法计算睾酮的含量测定,结果见附表。

附表 睾酮测定结果(标示量%, $n=5$)

批号	含量(%)	RSD
960422	92.10	0.81
960509	102.45	0.42
960613	96.13	1.07

按处方量配制缺睾酮的空白溶液,浓度为 2mg/ml,精密吸取 10 μ l 注入液相色谱仪,色谱图见附图。



7 讨论

本实验采用 HPLC 测定举酮乳膏中举酮的含量, 样品不处理, 基质无干扰, 可直接测定, 方法简便。

参考文献

- 1 英国药典. 1993. Vol 1: 656.
- 2 中国药典. 二部. 1995: 161.

收稿日期: 1996 - 12 - 09