

大孔树脂-紫外分光光度法测定皮炎宁中醋酸地塞米松含量

汪 冶 张 军 文惠玲(怀化 418000 湖南怀化市药品检验所)

摘要 目的:建立医院制剂皮炎宁的含量测定方法。方法:采用 D-101 大孔树脂分离纯化、紫外分光光度法测定皮炎宁中醋酸地塞米松的含量。结果:平均回收率为 99.7%, $RSD=1.21\%$ 。结论:该法简便、快速、准确、重现性好,对医院制剂快速分析很适用。

关键词 大孔树脂;紫外分光光度法;醋酸地塞米松;含量测定

Quantitative determination of dexamethasone acetate in the "Piyaning" by microporous resin and UV spectrophotometry

ABSTRACT OBJECTIVE:To establish an accurate method for the determination of Piyanning of hospital preparation .

METHOD:To separate and purify by D-101 macroporous resin and to determine the quality of dexamethasone acetate by UV spectrophotometry .

RESULTS:The average recovery was 99.7 % and RSD was 1.21 % .

CONCLUSION:The method was convenient ,rapid ,accurate ,excellent reproducibility and was suitable for rapid analyse of hospital preparation .

KEY WORDS macroporous resin ,UV spectrophotometry ,dexamethasone acetate ,determination

皮炎宁为我市某医院生产的制剂,具有抗炎、抗过敏、止痒、抑制角质化异常等作用。方中含有醋酸地塞米松、甘油、二甲亚砷、乙醇和水。用紫外分光光度法测定醋酸地塞米松的含量,中国药典1995年版二部已收载。由于二甲亚砷在紫外区有吸收,对醋酸地塞米松含量测定有干扰;二甲亚砷在水、乙醇、丙酮、氯仿、乙醚与苯中都能溶解^[1],并且甘油与二甲亚砷的粘性大,在水浴上不能蒸干,用有机溶剂不能从制剂中分离出醋酸地塞米松;薄层层析(硅胶GF₂₅₄板),用多种展开系统展开,皮炎宁仅在原点处有斑点。因此用常规的方法不能测定含甘油、二甲亚砷制剂中醋酸地塞米松的含量。经反复试验,采用D-101大孔树脂柱色谱-紫外分光光度法测定皮炎宁中醋酸地塞米松的含量,重现性好、准确、简便、快速。

1 仪器与试剂

UV-2401 紫外分光光度计(日本岛津),D-101 大孔树脂(天津制药厂),醋酸地塞米松对照品(中国药品生物制品检定所),乙醇、丙酮均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 原理

本文的试验方法是利用大孔树脂的分子筛与吸附作用,将醋酸地塞米松吸附,醋酸地塞米松在丙酮中易溶,在乙醇中略溶,在水中不溶^[2],实验中用水洗去甘油、二甲亚砷、乙醇与水,用丙酮洗脱醋酸地塞米松,再按中国药典1995年版二部“醋酸地塞米松片”的含量测定方法测定醋酸地塞米松含量。

2.2 丙酮洗脱液曲线

精密称取醋酸地塞米松对照品(真空干燥24h)0.1123g,置200ml量瓶中,加乙醇40ml,振摇使溶解,加二甲亚砷20ml、甘油60g,加水至刻度,混匀。每次精密量取本品5ml,置已处理好的D-101大孔树脂柱(4g,内径10~15mm,用丙酮40ml洗后,再用水50ml洗)上,用水50ml洗,再依次用丙酮5、10、15ml……洗脱,分别收集丙酮液,蒸干,残渣加乙醇溶解,置50ml量瓶中,加乙醇至刻度,精密量取5ml,置25ml量瓶中,加乙醇至

刻度,照分光光度法(中国药典1995年版二部附录IV B),在240nm的波长处分别测定吸收度,按 $C_{24}H_{31}FO_6$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为357计算含量。以含量为纵坐标,以丙酮洗脱量为横坐标,绘制曲线,见图1。

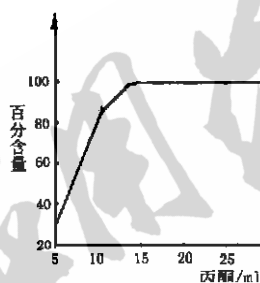


图1 丙酮洗脱液曲线

2.3 二甲亚砷与甘油吸附洗脱曲线

取乙醇20ml、二甲亚砷10ml、甘油30g置100ml量瓶中,加水至刻度,混匀。取本品5ml,置已处理好的D-101大孔树脂柱(同上)上,依次用水0、5、10ml……洗脱,分别收集洗脱液,照分光光度法(中国药典1995年版二部附录IVB),在240nm的波长处测定吸收值。以吸收值为纵坐标,以水洗脱量为横坐标,绘制曲线,见图2。

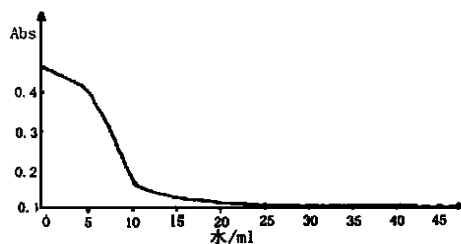


图2 二甲亚砷与甘油吸附洗脱曲线

2.4 测定方法

精密量取本品5ml,置已处理好的D-101大孔树脂柱(4g,内径10~15mm,用丙酮40ml洗后,再用水50ml洗)上,用水50ml洗脱,再用丙酮40ml洗脱,收集丙酮液,蒸干,残渣加乙醇溶解,置50ml量瓶中,加乙醇至刻度,精密量取5ml,置25ml量瓶中,加乙醇至

光光度法(中国药典 1995 年版二部附录 IVB),在 240nm 的波长处测定吸收度,按 $C_{24}H_{31}FO_6$ 的吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 357 计算,即得。

2.5 测定结果

按上述方法测定 5 批皮炎宁,结果批号为 980720, 980721, 981013, 981014 和 981015 的含量分别为 102.0%, 95.5%, 102.2%, 100.1% 和 98.1%。

2.6 回收率试验

按“2.2 丙酮洗脱液曲线”的方法配制溶液,按“2.4 测定方法”进行回收率试验,结果平均回收率为 99.7%, $n=7$, $RSD=1.21\%$ 。

3 讨论

3.1 用常规的色谱柱测定 2 份样品需要半天,用 50 ml 酸式滴定管代替色谱柱,由于柱子长,盛洗脱液多,压力大,洗脱时间短,测定 2 份样品只需要 1.5h 即可完成,对医院制剂快速分析很适用。D-101 大孔树脂的吸附作用对被测物质不发生化学反应,容易再生,可反复

使用。

3.2 大孔树脂被广泛用于天然药物及抗生素的分离提纯^[3~5],用于化学药品的分离提纯少有报道,经实验可知,同样可用于某些化学药物的分离提纯,医院制剂中缺少含量测定项目的某些质量标准,可利用大孔树脂的分子筛与吸附作用增加含量测定项目,以进一步完善药品质量标准,确保药品质量。

参考文献

- 1 中国药典.二部.1995:附录 137.
- 2 中国药典.二部.1995:1075.
- 3 陈冲,罗思齐.银杏叶提取物的生产工艺条件研究.中草药,1997,28(7):402.
- 4 金继曙.用大孔树脂分离白芍总甙.中国中药杂志,1994,19(1):31.
- 5 顾觉奋.大孔网状吸附剂在抗生素分离纯化中应用.中国抗生素杂志,1991,16(3):220.