

HPLC 测定益肤霜中红霉素和地塞米松的含量

冯琳 张建华 张红梅¹ 王景祥(济南 250031 济南军区总医院药理科;¹ 济南市第四人民医院内科)

摘要 采用 HPLC 测定益肤霜中红霉素和地塞米松的含量,控制制剂的质量。色谱条件:固定相为 Kromasil C₁₈ 柱(4.6mm × 250mm, 5μm);流动相为乙腈-0.2mol/L 醋酸铵-水(60:10:30),流速 0.8ml/min;检测波长 215nm。以浓度 *c* 对峰面积 *A* 作直线回归,红霉素在 1.5 ~ 24g/L,地塞米松在 20 ~ 300mg/L 的范围内,其浓度与峰面积呈直线关系。红霉素的回收率为 99.69% (*RSD* = 0.37%);地塞米松的回收率为 100.28% (*RSD* = 0.46%)。本法操作简便,结果准确,能同时测定红霉素和地塞米松的含量。可作为益肤霜的质控方法。

关键词 HPLC;红霉素;地塞米松

Simultaneous determination of erythromycin and dexamethason in Yifushuang by HPLC

Feng Lin(Feng L), Zhang Jianhua(Zhang JH), Zhang Hongmei(Zhang HM), *et al* (General Hospital of Jinan Military Command, Jinan 250031)

ABSTRACT Erythromycin and dexamethason in yifushuang were determined with a RP-HPLC method using kromasil C₁₈ column(4.6mm × 250mm, 5μm) and UV detector at 215nm. The mobile phase was CH₃CN-0.2M CH₃COONH₄-H₂O(60:10

:30). The flow rate was 0.8ml/min. There was a good linearity ranging from 1.5g/L to 24g/L for erythromycin and from 20mg/L to 300mg/L for dexamethason. The average recoveries of erythromycin and dexamethason were 99.69% ($RSD = 0.37\%$) and 100.28% ($RSD = 0.46\%$). This method was suitable for controlling the quality of yifushuang.

KEY WORDS HPLC, erythromycin, dexamethason

益肤霜是我院配制的用于治疗各种体癣、神经性皮炎等多种皮肤疾病的乳膏, 疗效良好。其主要成分为红霉素、地塞米松和益康唑等。本文采用反相高效液相色谱法同时测定红霉素和地塞米松的含量, 操作简便、可靠, 适用于质量控制。

1 仪器与试剂

1.1 益肤霜处方

乳糖红霉素 10g, 醋酸地塞米松 0.5g, 硝酸益康唑 10g, 基质加至 1000g。

1.2 仪器与试剂

高效液相色谱仪: 510 型恒流泵、U6K 进样阀、490E 紫外检测器以及 Baselin810 色谱工作软件 (Waters 公司); 醋酸地塞米松对照品 (Sigma 公司); 红霉素对照品 (中国药品生物制品检定所, 效价 $888\mu\text{g}/\text{mg}$); 乙腈 (色谱纯); 醋酸铵 (分析纯)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

固定相: Kromasil C_{18} 柱 ($4.6\text{mm} \times 200\text{mm}, 5\mu\text{m}$); 流动相: 乙腈-0.2mol/L 醋酸铵-水 (60:10:30), 流速: 0.8 ml/min; 检测波长: 215nm; 灵敏度: 0.05AUFS; 室温。

2.2 标准曲线制备

精密称取红霉素和地塞米松对照品适量, 以配制不同浓度的混合溶液, 红霉素的浓度分别为: 1.500, 3.000, 5.000, 10.00, 15.00, 20.00, 24.00g/L, 地塞米松的浓度分别为: 20.00, 50.00, 100.0, 150.0, 200.0, 250.0, 300.0mg/L, 各进样 $15\mu\text{l}$ 。经 Baselin810 工作软件处理, 分别以浓度 c 对峰面积 A 进行直线回归得回归方程, 红霉素为: $c = 2.842 \times 10^{-7}A + 0.2768, r = 0.9998$; 地塞米松为: $c = 2.566 \times 10^{-9}A + 5.345 \times 10^{-3}, r = 0.9999$ 。

2.3 样品处理

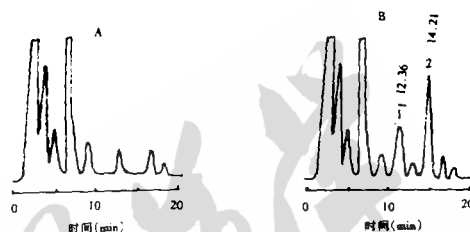
精密称取软膏约 15g, 加入适量乙醇, 超声振荡 5min 使破乳 [冯琳, 袁成, 王景祥. 乳膏剂的超声波破乳法测定. 中国医药工业杂志, 1994, 25(1): 460.], 移至 50ml 量瓶中, 定溶, 摇匀后离心, 滤过, 取续滤液进样 $15\mu\text{l}$ 。

2.4 干扰试验

2.4.1 称取红霉素、地塞米松适量, 分别制成合适浓度的溶液进样, 测定其色谱图, 二成分色谱峰分离良好

(附图)。

2.4.2 精密称取不含红霉素和地塞米松的空白软膏适量, 按 2.3 项下操作, 其色谱峰对红霉素和地塞米松色谱峰无干扰(附图)。



附图 空白(A)及样品(B)的 HPLC 色谱图

1-红霉素; 2-地塞米松

2.5 回收率试验

精密称取空白软膏适量, 加入经精密称定的红霉素和地塞米松对照品, 在处方标示量 $\pm 10\%$ 范围内配制 5 种不同的浓度, 分别按 2.3 项下操作, 测定其含量, 每一浓度测定 3 次, 取平均值, 计算回收率。红霉素为 99.69% ($RSD = 0.37\%$); 地塞米松为 100.28% ($RSD = 0.46\%$)。

2.6 样品的含量测定

取不同批号的益肤霜软膏适量, 按 2.3 项下的方法操作, 测得红霉素和地塞米松的含量(附表)。

附表 益肤霜含量测定结果(占标示量) ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

批号	红霉素(%)	地塞米松(%)
970102	99.28 ± 0.3	96.36 ± 1.1
970419	102.41 ± 0.8	99.39 ± 0.7
970527	93.26 ± 0.7	92.87 ± 0.9
971018	98.17 ± 0.5	101.22 ± 0.8

3 讨论

3.1 对于红霉素的测定方法, 各国药典均采用微生物法, 由于益肤霜中地塞米松存在, 影响测定的准确性, 本文采用 Kromasil C_{18} 柱, 乙腈-0.2mol/L 醋酸铵-水 (60:10:30) 为流动相, 可使红霉素、地塞米松同其它物质得到较好分离, 结果准确、方法简便, 能同时测定红霉素和地塞米松的含量, 可作为益肤霜的质控方法。

3.2 以甲醇-0.2mol/L 醋酸铵-水 (65:10:35) 为流动相也可使两被测成分较好分离, 由于甲醇在较低波长处吸收值较高, 容易造成基线不稳, 测量误差较乙腈溶液

中国现代应用药杂志 1998 年 4 月第 15 卷第 2 期

大。

测定。

3.3 由于样品的成分复杂,色谱峰多,不适合内标法

收稿日期:1997-07-17