

# HPLC 法测定氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏中醋酸氟轻松的含量

刘雁鸣 兰 文 杨汉初(湖南省药品检验所 长沙 410001)

**摘要** 目的:采用 HPLC 法测定氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏中醋酸氟轻松的含量。方法:以炔诺酮为内标,采用 Diamonsil<sup>TM</sup>C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6mm×200mm,5μm),以乙腈-甲醇-水(10:55:35)为流动相,检测波长 240nm。结果:醋酸氟轻松在 2.06~8.24μg·mL<sup>-1</sup> 浓度范围内呈现良好的线性关系(r=0.9999),平均回收率为 102.4%,RSD<2%(n=9)。结论:本法简便,精密度高,重现性好,结果准确可靠。

**关键词** 醋酸氟轻松;HPLC;氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏

## Determination of Fluocinonide in Vitamin B<sub>6</sub> and Fluocinonide Cream by HPLC

Liu Yanming, Lan Wen, Yang Hanchu(Hunan Provincial Institute for Drug Control, Changsha 410001)

**Abstract Objective:** An HPLC method was developed for the determination of fluocinonide in Vitamin B<sub>6</sub> and Fluocinonide Cream. **Methods:** Norethisterone as the internal standard. The HPLC system consisted of Diamonsil<sup>TM</sup>C<sub>18</sub>(4.6mm×200mm,5μm) column, acetonitrile-methanol-water(10:55:35) as mobile phase, flow rate was 1.0mL·min<sup>-1</sup> with UV detection at 240nm. **Results:** Within 2.06~8.24μg·mL<sup>-1</sup>, fluocinonide had a good linearity(r=0.9999). The mean recovery of fluocinonide was 102.42%, RSD less than 2%(n=9). **Conclusion:** The method is simple and reproducible. The results were reliable and accurate.

**Key words:** Fluocinonide, HPLC, Vitamin B<sub>6</sub> and Fluocinonide Cream

氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏(曾用名维肤膏)现已广泛用于临床,可用于治疗或预防各类皮炎、各类湿疹、皮肤瘙痒症及如痤疮等其他皮肤病,其主要成分为维生素 B<sub>6</sub>,加有微量的醋酸氟轻松、峰皇浆、蜂蜜及基质制成的乳膏。为了保证药品质量,应在质量标准中增订醋酸氟轻松含量测定。因维肤膏 10g 中仅含 0.1mg 的醋酸氟轻松,中国药典 2000 年版二部收载醋酸氟轻松质量标准中的高效液相色谱法不宜测定维肤膏中醋酸氟轻松的含量,辅料干扰较大,经反复实验,采用本法测定醋酸氟轻松的含量,操作简便,精密度好,结果准确可靠。为控制氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏的内在质量提供了依据和方法。

### 一、仪器与试剂

Waters 2010 高效液相色谱仪,包括 486 紫外检测器,510 泵,717 自动进样器,millennium 色谱工作站;日本岛津 UV-260 型紫外可见分光光度计;样品为湖南天龙医药化工有限公司生产(规格:10g:醋酸氟轻松 0.1mg);醋酸氟轻松与炔诺酮对照品(中国药品生物制品检定所提供),乙腈与甲醇(色谱纯)。

### 二、方法与结果

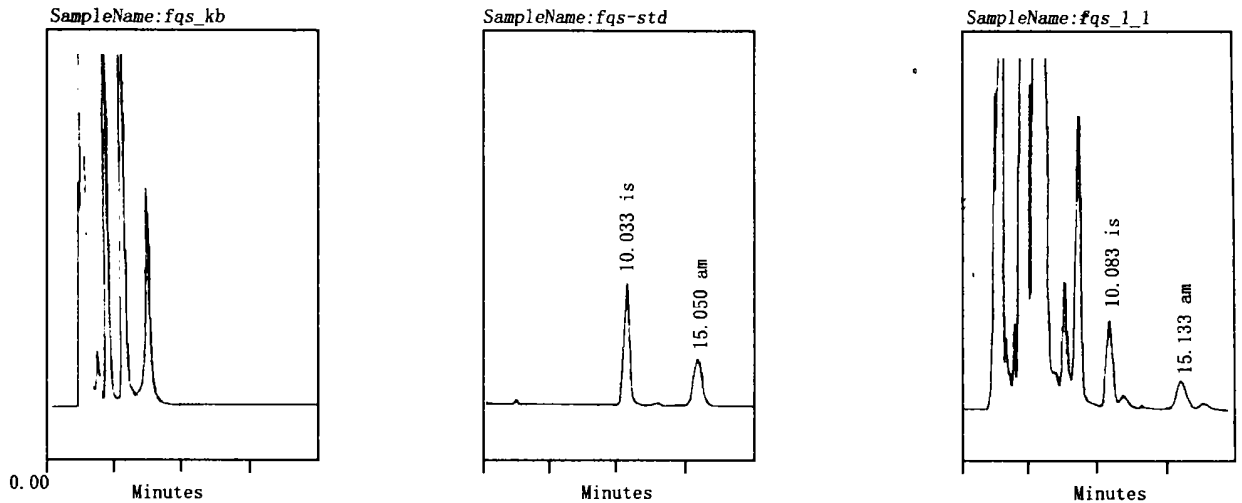
#### 1. 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: Dia-

monsil<sup>TM</sup>C<sub>18</sub>柱(4.6mm×200mm,5μm);流动相为乙腈-甲醇-水(10:55:35);流速:1.0mL·min<sup>-1</sup>;检测波长:240nm;进样量:50μL。空白辅料、对照品与氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏在上述色谱条件下得色谱图见图 1,理论板数按醋酸氟轻松峰计算应不低于 1000,醋酸氟轻松峰和内标物质峰的分离度应符合要求。

2. 线性范围 精密称取醋酸氟轻松对照品 10.3mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使醋酸氟轻松溶解,加甲醇稀释至刻度,摇匀;另称取炔诺酮约 10mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使炔诺酮溶解,加甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取醋酸氟轻松溶液与炔诺酮溶液各 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5 与 4.0mL,分别置 50ml 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,取上述溶液各 50μl,按上述色谱条件,注入液相色谱仪,以浓度(μg·mL<sup>-1</sup>)为横坐标,峰面积为纵坐标,计算其回归方程(n=7)为 A=88754×C-20484,r=0.9999。

结果表明,醋酸氟轻松在 2.06~8.24μg·mL<sup>-1</sup> 浓度范围内呈良好的线性关系。

3. 回收率试验 精密称取醋酸氟轻松对照品约 10mg 与炔诺酮约 10mg,分别制成每 1mL 中含 50μg 的溶液,另取空白辅料基质适量(按高、中、低



A 空白辅料 HPLC 图

B 醋酸氟轻松对照品与快诺酮内标分离 HPLC 图

C 氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏样品及快诺酮内标 HPLC 图

(其中 is 为快诺酮峰, sm 为醋酸氟轻松峰)

图 1 氟轻松维 B<sub>6</sub> 乳膏醋酸氟轻松的含量测定 HPLC 图

三个浓度分别取约 10g、12.5g、15g, 各三份) 置烧杯中, 按高、中、低三个浓度精密加醋酸氟轻松溶液各 2.0mL、2.5mL、3.0mL, 另精密加快诺酮溶液 2.5mL, 再加甲醇 50mL, 置水浴上加热搅拌使溶解后, 置冰浴中冷却 1 小时, 取出滤过, 滤液置水浴上蒸至约 3mL, 残留液加流动相适量, 水浴加热, 转移置 25mL 量瓶中, 冷却, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 取适量, 离心 10 分钟(转速为每分钟 3000 转), 取上清液用 0.45 $\mu$ m 滤膜滤过, 取续滤液 50 $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。另精密量取醋酸氟轻松对照品溶液与快诺酮溶液各 5.0mL, 置 50mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 取该溶液 50 $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 得平均回收率为 102.4%, RSD(n=9) 为 1.8%。

4. 溶液稳定性试验 取线性试验项下的第 4 份溶液, 分别于 0、2、4、8、24 小时时取 50 $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 计算 RSD 为 0.5%。

5. 精密度试验 取线性关系项下的第 4 份溶液, 取 50 $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 连续进样 6 次, 测定峰面积, 计算 RSD 为 0.5%。

6. 样品测定 取本品适量(约相当于醋酸氟轻

松 0.125mg), 精密称定, 置烧杯中, 精密加内标溶液 5mL(取快诺酮适量, 加甲醇溶解并稀释制成每 1mL 中含 25 $\mu$ g 的溶液), 再加甲醇 50mL, 同回收率项下操作。按内标法以峰面积计算, 即得, 2 批样品的含量测定结果见表 1。

表 1 醋酸氟轻松含量测定结果(标示量%)

批 号	结 果
020301	84.74
020302	86.14

### 三、讨论

1. 流动相的选择 选择不同比例的甲醇-水或乙腈-甲醇-水作为流动相, 经反复试验, 采用乙腈-甲醇-水(10 55 35)作为流动相时, 醋酸氟轻松、内标物质及辅料均达到基线分离。

2. 样品的提取 因醋酸氟轻松不溶于水, 极微溶解于甲醇, 且辅料在甲醇中溶解较少, 故用甲醇提取, 由于醋酸氟轻松含量极低, 采用外标法测定含量时, 误差较大且回收率较低, 故采用内标法测定含量。

### 参考文献

- [1] 国家药品监督管理局药品标准化学药品地方标准上升国家标准 3 册, 144
- [2] 中国药典 2000 年版二部, 1028

## HPLC 法测定硫酸阿托品片的含量及含量均匀度

吴韶铭 施 芬(金华市药品检验所 浙江金华 321000)

摘要 目的: 建立硫酸阿托品片含量及含量均匀度的 HPLC 测定方法。方法: 采用 ZORBAXSB-C<sub>18</sub>柱(4.6 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m), 甲醇-0.01mol $\cdot$ L<sup>-1</sup>庚烷磺酸钠溶液-冰醋酸(50:50:2)为流动相, 检测波长为 225nm。结果: 线性范围为 0.6~6 $\mu$ g(r=