

反相高效液相色谱法测定复方醋酸钠注射液中醋酸钠含量

毛士龙,苗积康,吴亚利,张蓉蓉,季爱玲,朱建民

(上海市徐汇区中心医院,上海 200031)

摘要:目的 建立测定复方醋酸钠注射液中醋酸钠含量的反相高效液相色谱法。方法 采用 ICsep Ice-Coregel 87H3 型色谱柱,流动相为 0.005 mol/L 硫酸,流速为 0.6 mL/min,柱温 60 ℃,检测波长 210 nm。结果 醋酸钠质量浓度在 1.0~3.0 g/L 范围内与峰面积线性关系较好, $r=0.999\ 9$;平均加样回收率为 100.18%, $RSD=0.31\%$ ($n=6$);精密度试验的 $RSD=0.15\%$ ($n=6$);最低检测限为 99.15 ng。结论 所用方法简单、灵敏、准确,可作为复方醋酸钠注射液中醋酸钠含量测定的方法。

关键词:反相高效液相色谱法;复方醋酸钠注射液;醋酸钠;含量测定

中图分类号:R927.2;R973+.5 文献标识码:A 文章编号:1006-4931(2010)21-0025-02

Determination of Sodium Acetate in Compound Sodium Acetate Injection by RP-HPLC

Mao Shilong, Miao Jikang, Wu Yali, Zhang Rongrong, Ji Ailing, Zhu Jianmin

(Shanghai Xuhui District Central Hospital, Shanghai, China 200031)

Abstract: Objective To develop an RP-HPLC method for the determination of sodium acetate in Compound Sodium Acetate Injection. **Methods** To adopt ICsep Ice-Coregel 87H3 as the chromatographic column, 0.005 mol/L sulphuric acid as the mobile phase, the detective wavelength at 210 nm, the flow rate was 0.6 mL/min and the temperature was 60 ℃. **Results** The linear concentration range of sodium acetate was 1.0-3.0 g/L ($r=0.999\ 9$). The average recovery rate was 100.18% ($RSD=0.31\%$). The precision RSD was 0.15%. The lowest detection limitation was 99.15 ng. **Conclusion** The method is simple, sensitive and accurate, which can meet the requirements for determination of sodium acetate in Compound Sodium Acetate Injection.

Key words: RP-HPLC; Compound Sodium Acetate Injection; sodium acetate; content determination

醋酸钠林格注射液为临床常用的电解质酸碱平衡调节剂,其部颁标准^[1]中醋酸钠的测定方法为滴定法,采用 pH 变化为终点判断方法,但终点的判定受仪器、室温、操作等因素影响,误差较大。笔者采用反相高效液相色谱法测定复方醋酸钠注射液中醋酸钠含量,报道如下。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司);AB265-S 型电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司)。无水醋酸钠(Sigma-Aldrich Fluka);复方醋酸钠注射液(医院自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱:ICsep Ice-Coregel 87H3 型色谱柱;流动相:0.005 mol/L 硫酸;流速:0.6 mL/min;柱温:60 ℃;检测波长:210 nm。理论板数以醋酸钠峰计应不低于 3 000。

2.2 方法学考察

专属性试验:分别量取溶剂、醋酸钠空白辅料溶液、无水醋酸钠对照品溶液、样品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图。结果表明,醋酸钠的主峰位置处无其他色谱峰,证明溶剂与辅料不干扰醋酸钠的含量测定。

检测限确定:分别精密称取无水醋酸钠对照品,用水溶解并稀释成系列质量浓度的溶液,注入高效液相色谱仪,记录色谱图,计算信噪比。当主峰高约为噪音峰高的 3 倍时,得醋酸钠的最低检测量为 99.15 ng。

耐用性试验:精密量取本品 10 μL(批号为 090405),按含量测定项下方法配制溶液并测定峰面积,柱温分别为 55、60、65 ℃,每一温度各测定两次。结果峰面积的 RSD 为 0.21% ($n=6$),表明方法耐用性较好。

线性关系考察:精密称取无水醋酸钠对照品 500.21 mg,置 50 mL

表 1 麝香酮加样回收试验结果($n=9$)

样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
0.618 2	0.478 0	1.083 0	97.24		
0.621 4	0.478 0	1.090 4	98.12		
0.625 9	0.478 0	1.102 0	99.60		
0.610 4	0.597 5	1.205 9	99.67		
0.627 1	0.597 5	1.213 6	98.16	99.16	1.04
0.641 8	0.597 5	1.238 3	99.83		
0.612 1	0.717 0	1.327 6	99.79		
0.625 1	0.717 0	1.342 6	100.07		
0.635 7	0.717 0	1.352 5	99.97		

定,采用外标法计算含量。结果批号为 050502,050503,050504,EA10053,FA1003,FA1006 的样品中麝香酮含量分别为 0.012 7,0.010 3,0.008 3,0.003 5,0.004 9,0.005 1 mg/粒($n=4$)。

3 讨论

曾比较了苯、石油醚、无水乙醇、乙酸乙酯、甲醇 5 种溶剂提取麝香酮的效果,发现乙酸乙酯和文献[1-2]中苯的提取效率均较

高,结果基本一致。考虑到乙酸乙酯的毒性较小,故选用乙酸乙酯。

色谱条件和提取方法主要参照 2005 年版《中国药典(一部)》中麝香的含量测定方法^[3],比较了 HP50+ 和 HP-5 柱,结果 HP50+ 柱的分离效果、峰形、理论板数较合适;还比较了浸渍提取和超声提取两种提取方法,发现结果一致,因此选择了相对快速、简单的浸渍提取方法,浸渍时间为 30 min。含量测定结果表明,两个厂家生产的麝香酮含量存在较大差异。

作者简介:吕霞,硕士研究生,研究方向为药物分析,(电子信箱)lvxia_2006@163.com。

参考文献:

- [1] WS₃-B-3374-98,中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂(第十八册)[S].
- [2] 吴银生. 六神丸质量标准的研究[J]. 南京中医药大学学报(自然科学版),2002,18(4):232-233.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2005:266.

(收稿日期:2009-12-29)

高效液相色谱法测定复方醋酸曲安奈德溶液中醋酸曲安奈德含量

胡 斌,林 彩,赵映兰,邓 莉,秦 露

(第三军医大学西南医院药剂科,重庆 400038)

摘要:目的 建立测定复方醋酸曲安奈德溶液中醋酸曲安奈德含量的高效液相色谱法。方法 采用 Diamonsil™ C₁₈ 柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-水(60:40),检测波长 240 nm,流速 1.0 mL/min,柱温 30℃,进样量 10 μL。结果 醋酸曲安奈德进样量在 5.88~15.68 μg 范围内与峰面积线性关系良好, $r=0.999\ 9$ ($n=6$),平均回收率为 100.43%, RSD 为 0.28% ($n=9$)。结论 高效液相色谱法测定复方醋酸曲安奈德溶液中醋酸曲安奈德含量简便、准确、重现性好,能满足医院制剂质量标准的要求。

关键词:醋酸曲安奈德;复方醋酸曲安奈德溶液;高效液相色谱法;含量测定

中图分类号:R927.2;R986 文献标识码:A 文章编号:1006-4931(2010)21-0026-02

Determination of Triamcinolone Acetonide Acetate in Compound Triamcinolone Acetonide Acetate Solution by HPLC

Hu Bin, Lin Cai, Zhao Yinglan, Deng Li, Qin Lu

(Department of Pharmacy, Southwest Hospital, Third Military Medical University, Chongqing, China 400038)

Abstract: **Objective** To establish an HPLC method for the determination of triamcinolone acetonide acetate in Compound Triamcinolone Acetonide Acetate Solution. **Methods** The chromatographic system consisted of C₁₈ column and the mobile phase of acetonitrile-water(60:40), with the detection wavelength at 240 nm. The flow rate was 1.0 mL/min. The column temperature was 30℃, the sample size was 10 μL. **Results** The linear range was 5.88-15.68 μg($r=0.999\ 9$), RSD of inter- and intra-day was less than 2%, and the average recovery rate was 100.43% ($n=9$). **Conclusion** Without complicated sampling procedure, the method is simple, accurate and repeatable for the assay of the components in this pharmaceutical formulation.

Key words: triamcinolone acetonide acetate; Compound Triamcinolone Acetonide Acetate Solution; HPLC; content determination

复方醋酸曲安奈德溶液有抗炎、抗过敏、去角质层的作用,主要用于治疗神经性皮炎、慢性皮疹、节结性痒疹、皮肤淀粉样变、疥疮结节等。醋酸曲安奈德是主要成分,测定其含量时以甲醇-水-乙醚为流动相^[1],乙醚易挥发,毒性强,且易受环境影响。笔者以乙腈-水^[2]为流动相,操作简单,干扰小,测定结果重现性好,精密度高,可有效控制复方醋酸曲安奈德溶液的质量。

量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,精密量取该溶液 2, 3, 4, 5, 6 mL,置 20 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀即可。分别取各种质量浓度的对照品溶液 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,以峰面积(A)对质量浓度(C)进行线性回归,得回归方程 $A=410.23C-10.365$, $r=0.999\ 9$ ($n=5$)。结果表明,醋酸钠质量浓度在 1.0~3.0 g/L 范围内与峰面积线性关系良好。

加样回收试验:精密量取已知含量的复方醋酸钠注射液(批号为 090405)适量,加入适量醋酸钠对照品溶液,精密量取 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,计算回收率。结果见表 1。

表 1 醋酸钠加样回收试验结果($n=6$)

加入量(g/L)	测得量(g/L)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
1.758	1.765	100.40	100.18	0.31
1.756	1.768	100.68		
2.212	2.215	100.14		
2.210	2.208	99.91		
2.631	2.631	100.00		
2.636	2.634	99.92		

精密密度试验:精密量取醋酸钠对照品溶液(2.2 g/L)10 μL,注入液相色谱仪,连续进样 6 次。结果峰面积的 RSD 为 0.15% ($n=6$)。

稳定性试验:取本品(批号为 090405),照含量测定项下方法配制溶液,分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 时进样测定,以峰面积的变化考察稳定性。结果的 RSD 为 0.22% ($n=6$),表明本品室温放置 10 h 内

1 仪器与试剂

810 型高效液相色谱仪(美国 Waters),DU-650 型分光光度计(美国 Backman);KQ-400KDE 型超声清洗器(昆山市超声仪器有限公司);YKH-II 型液体快速混合器(江西医疗器械厂);超纯水器(美国 Milli-QPlus);LN9527-25 型离心机(德国 Abbott);BP211D 型天平(德国 Sartorius)。醋酸曲安奈德对照品(中国药品生

较稳定,能够满足测定要求。

2.3 样品含量测定

精密量取供试品 3 mL,置 10 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,精密量取 10 μL 注入液相色谱仪,记录色谱图;另精密称取无水醋酸钠对照品适量,加水制成每 1 mL 中约含无水醋酸钠 2.2 mg 的溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算含量。结果批号为 090405, 090406, 090601 的供试品中醋酸钠含量分别为标示量的 99.98%, 100.06%, 100.46%, 均符合规定。

3 讨论

研究了复方醋酸钠注射液中醋酸钠含量的测定方法,ICsep-Coregel 87H3 型有机酸柱与其他色谱柱相比^[2],平衡时间和冲洗时间相对较短,含量测定专属性强、重现性好。采用本试验色谱条件,氯离子也有色谱峰出现,可以考虑用本方法同时测定氯离子和醋酸钠的含量。

作者简介:毛士龙,男,博士研究生,主要从事医院药事管理与新药质量控制研究,(电话)021-54037810-5190(电子信箱)chlorine@yeah.net。

参考文献:

[1] WS-10001-(HD-0265)-2002,国家药品标准·化学药品地方标准上升国家标准[S].
[2] 王长虹. 复方醋酸钠平衡液中醋酸钠含量的 RP-HPLC 测定[J]. 中国医药工业杂志,2002,33(2):90-92.

(收稿日期:2009-12-16;修回日期:2010-01-08)

反相高效液相色谱法测定复方醋酸钠注射液中醋酸钠含量

作者: [毛士龙](#), [苗积康](#), [吴亚利](#), [张蓉蓉](#), [季爱玲](#), [朱建民](#), [Mao Shilong](#), [Miao Jikang](#),
[Wu Yali](#), [Zhang Rongrong](#), [Ji Ailing](#), [Zhu Jianmin](#)
作者单位: [上海市徐汇区中心医院](#), 上海, 200031
刊名: [中国药业](#) 
英文刊名: [CHINA PHARMACEUTICALS](#)
年, 卷(期): 2010, 19(21)

参考文献(2条)

1. [WS-10001-\(HD-0265\)-2002](#). 国家药品标准 • 化学药品地方标准上升国家标准
2. [王长虹](#) [复方醋酸钠平衡液中醋酸钠含量的RP-HPLC测定](#) [期刊论文] - [中国医药工业杂志](#) 2002(02)

本文读者也读过(6条)

1. [毛士龙](#), [吴亚利](#), [苗积康](#), [张蓉蓉](#), [季爱玲](#), [朱建民](#), [Mao Shilong](#), [Wu Yali](#), [Miao Jikang](#), [Zhang Rongrong](#), [Ji Ailing](#), [Zhu Jianmin](#) [火焰原子吸收光谱法测定复方醋酸钠注射液中钾含量](#) [期刊论文] - [中国药业](#) 2010, 19(9)
2. [杨章群](#), [谢瑞娟](#), [李瑞芬](#), [杨健坤](#), [崔秀彦](#) [复方醋酸钠注射液处方的改进及临床应用](#) [期刊论文] - [中国药师](#) 2006, 9(12)
3. [李文硕](#) [复方乳酸钠葡萄糖注射液与复方乳酸钠山梨醇注射液的临床应用](#) [期刊论文] - [天津护理](#) 2002, 10(3)
4. [王长虹](#) [复方醋酸钠平衡液中醋酸钠含量的RP-HPLC测定](#) [期刊论文] - [中国医药工业杂志](#) 2002, 33(2)
5. [栾永](#), [赵福龙](#), [Luan Yong](#), [Zhao Fu-long](#) [体外循环中两种晶体液预充效果的比较](#) [期刊论文] - [中国体外循环杂志](#) 2010, 08(4)
6. [顾良忠](#), [张树荣](#) [化学滴定测定醋酸钠含量的新方法](#) [期刊论文] - [广西轻工业](#) 2010, 26(8)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgyy201021016.aspx