

HPLC 法测定地塞米松磷酸钠注射液中地塞米松磷酸钠与烟酰胺的含量

熊井柱

【中图分类号】R927

【文献标识码】A

【文章编号】1672-3783(2011)11-0005-01

【摘要】目的:建立HPLC法测定地塞米松磷酸钠注射液中地塞米松磷酸钠与烟酰胺含量的方法。方法:采用Ultimate XB-C18(150mm×4.6mm,5μm)色谱柱,流动相为0.1mol·L⁻¹醋酸钾溶液;乙腈(75:25),流速为0.8ml·min⁻¹,柱温25℃,检测波长为242nm与262nm。结果:地塞米松磷酸钠在8.900~142.400μg·ml⁻¹浓度范围内,线性关系良好(r=0.9999),平均回收率为99.8%,RSD为1.1%(n=6)。烟酰胺在9.724~155.584μg·ml⁻¹浓度范围内,线性关系良好(r=0.9999),平均回收率为100.2%,RSD为0.4%(n=6)结论:本方法简便准确,重复性好,可用该制剂的质量控制。

【关键词】高效液相色谱;醋酸地塞米松磷酸钠注射液;地塞米松磷酸钠;烟酰胺

某些药厂生产的地塞米松磷酸钠注射液是由主药地塞米松磷酸钠与辅料烟酰胺以及其他辅料组成,烟酰胺可发生高血糖、高尿酸、心律失常。现行标准[1]只对地塞米松磷酸钠进行质量控制。为完善标准,控制产品质量,现采用反相高效液相色谱法对制剂中的两个组分进行含量测定。

1 仪器与试剂

Waters2695/2487 高效液相色谱仪;地塞米松磷酸钠对照品(中国药品生物制品鉴定所 供含量测定用 批号:100016-200813 供HPLC法测定 含量为90.3%),烟酰胺对照品(中国药品生物制品鉴定所 供含量测定用 批号:100115-200703);地塞米松磷酸钠注射液为市售品(批号:0712262,08030511,0812312);乙腈为色谱纯,其他试剂为分析纯。

2 方法与结果

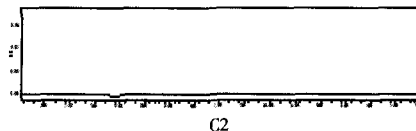
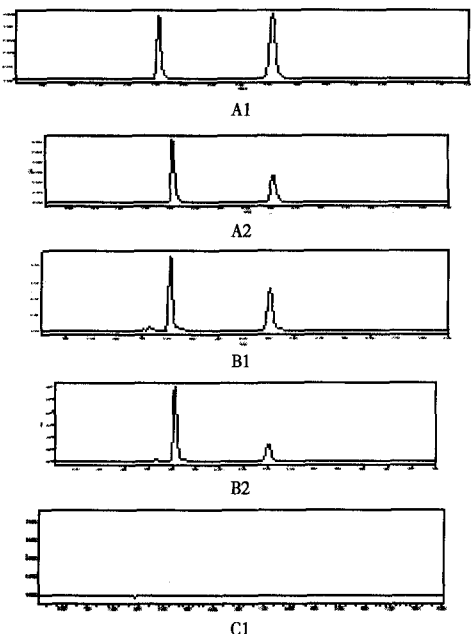
2.1 色谱条件:色谱柱:Ultimate XB-C18(150mm×4.6mm,5μm)色谱柱;流速为0.8ml·min⁻¹;柱温:25℃;流动相:0.1mol·L⁻¹醋酸钾溶液;乙腈(75:25);检测波长为242nm(测定地塞米松磷酸钠)与262nm(测定烟酰胺)。

2.2 对照品溶液制备:精密称取地塞米松磷酸钠对照品98.56mg与烟酰胺对照品97.24mg,置同一个50ml量瓶中,加适量流动相溶液使其溶解并稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。分别精密量取0.5,1.0,2.0,4.0,8.0ml,分别加流动相溶解并稀释制成含地塞米松磷酸钠7.900,17.800,35.600,71.200,142.400μg·ml⁻¹与含烟酰胺9.724,19.448,38.896,77.792,155.584μg·ml⁻¹溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液制备:精密量取批号为0712262,08030511,0812312的试样1ml,2.5ml与1ml分别置100ml量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察:精密量取“2.2”项下的对照品溶液10ul注入液相色谱仪,测定峰面积,以对照品浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,经线性回归。结果表明:地塞米松磷酸钠在7.900~142.400μg·ml⁻¹范围内与峰面积线性关系良好,回归方程为:y=21396x+10425,r=0.9999。烟酰胺在9.724~155.584μg·ml⁻¹范围内与峰面积线性关系良好,回归方程为:y=16962x+5083,r=0.9999。

2.5 干扰试验:同法制成不含地塞米松磷酸钠与烟酰胺的阴性样品溶液。取对照品溶液、供试品溶液及阴性样品溶液各10ul注入液相色谱仪测定,结果表明阴性样品对测定无干扰。测定色谱图见图1。



A1. 242nm 测定对照品 A2. 262nm 测定对照品 B1. 242nm 测定供试品 B2. 262nm 测定供试品 C1. 242nm 测定阴性样品 C2. 262nm 测定阴性样品

图1 地塞米松磷酸钠注射液的HPLC色谱图

2.6 精密密度试验:精密量取对照品溶液(含地塞米松磷酸钠35.600μg·ml⁻¹含烟酰胺38.896μg·ml⁻¹)10ul,连续进样6次,测定峰面积,地塞米松磷酸钠(242nm)RSD=0.6%,烟酰胺(262nm)RSD=0.4%。

2.7 稳定性试验:精密量取同一供试品溶液,分别在0,1,2,4,8,16h进样10ul测定,地塞米松磷酸钠峰面积RSD=1.1%(n=6),烟酰胺峰面积RSD=0.8%(n=6)。结果表明,供试液在16h内稳定。

2.8 重复性试验:精密量取同一批号样品,照2.3项下方法制成6份供试品溶液,进样10ul测定,地塞米松磷酸钠含量5.03mg·ml⁻¹,RSD=1.1%;烟酰胺为9.89mg·ml⁻¹,RSD=0.4%。

2.9 加样回收率试验:精密量取同批号(批号:0712262 规格1ml;5mg)6份,每份1ml,每份加入适量的地塞米松磷酸钠与烟酰胺适量,按2.3项下制备供试液,进样10ul测定,测定结果见表1,2。

表1 地塞米松磷酸钠加样回收率(n=6)

取样量 (ml)	样品中含地塞米松磷酸钠 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1.0	5.03	4.45	9.41	99.26		
1.0	5.03	4.45	9.34	98.52		
1.0	5.03	5.34	10.43	100.58	99.8	1.1
1.0	5.03	5.34	10.31	99.42		
1.0	5.03	6.41	11.61	101.49		
1.0	5.03	6.41	11.39	99.56		

表2 烟酰胺加样回收率试验结果(n=6)

取样量 (ml)	样品中含烟酰胺 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1.0	9.89	7.78	17.71	100.23		
1.0	9.89	7.78	17.78	100.62		
1.0	9.89	9.72	19.58	99.85	100.2	0.4
1.0	9.89	9.72	19.53	99.59		
1.0	9.89	11.67	21.67	100.51		
1.0	9.89	11.67	21.49	99.67		

2.10 样品测定:按2.3项下方法制成供试液,进样10ul,按外标法计算样品含量,结果见表3。

表3 样品含量测定结果(n=2)

批号	地塞米松磷酸钠含量(mg·ml ⁻¹)	烟酰胺含量(mg·ml ⁻¹)
0712262	5.03	9.89
08030511	1.81	3.81
0812312	4.92	9.73

3 讨论

地塞米松磷酸钠与烟酰胺分别加流动相溶解,分别在242nm波长处、262nm波长处有最大吸收,而且两峰分离度大于1.5,因此选择两个波长分别进行定量分析。本方法采用双波长同时测定样品中地塞米松磷酸钠与烟酰胺含量,方法简单可靠,可以作为地塞米松磷酸钠注射液质控指标。

参考文献

[1] 《中国药典》[S].2005版第二部.186