

# HPLC法测定眼药水中的地塞米松 磷酸钠及分解产物

袁建平 李文德 (华南理工大学轻工食品学院, 广州 510641)

**摘要** 提出了用高效液相色谱法同时测定眼药水中的地塞米松磷酸钠及其分解产物地塞米松含量的方法。采用 Micropak MCH-5-N-CAP(150×4 mm)色谱柱, 以乙腈-磷酸水溶液(32:68)为流动相, 地塞米松磷酸钠和地塞米松得到了很好分离, 其保留时间分别为6.3和11.3min。采用紫外光度检测器检测(波长为240 nm)分离后的两组分。

**关键词** 地塞米松磷酸钠 地塞米松 测定 高效液相色谱法

的确当眼药水 (Ocustilla decadronis) 为硫酸新霉素和地塞米松磷酸钠 (Dexamethasone phosphate sodium) 的等渗溶液。由于生产过程以及某些外界条件变化的影响, 产品有可能在有效

期内出现沉淀。研究表明, 沉淀物为结晶的地塞米松。因此, 无论从生产管理方面还是药品检验方面都有必要建立一种快速准确测定地塞米松磷酸钠和地塞米松含量的分析方法。

有关测定地塞米松磷酸钠或地塞米松的分析方法已有报道<sup>[1,2,3]</sup>，但同时测定这两种组分的分析方法则很少见有报道。本文用高效液相色谱法分析“的确当”眼药水中地塞米松磷酸钠及地塞米松的含量变化情况。

## 1 实验方法

### 1.1 仪器

Varian 5060型高效液相色谱仪，  
Varian UV-100型紫外光度检测器，  
LM-15型函数记录仪(上海大华仪表厂)。

### 1.2 试剂

地塞米松磷酸钠(法国进口，广州何济公制药厂提供)；地塞米松(实验室提纯)；“的确当”眼药水(广州何济公制药厂产品由厂提供，广州东康制药厂产品从药店购置)。

乙腈(分析纯)；磷酸(分析纯)。

### 1.3 色谱分离条件

1.3.1 色谱柱：MicroPak MCH-5-N-CAP (Varian 公司 C<sub>18</sub> 反相柱，残余羟基降至最低，150 mm × 4 mm，5 μm)；柱温：室温。

1.3.2 流动相：乙腈—水—磷酸(32:67.91:0.09)；流量：0.6 ml/min。

1.3.3 检测：紫外光度检测，波长240 nm。

### 1.3.4 标准溶液与待测样品溶液

标准溶液配制：配制地塞米松磷酸钠和地塞米松标准混合溶液，浓度分别为0.135和0.063 mg/ml。地塞米松先以乙醇溶解。

样品溶液配制：将眼药水稀释10倍后待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱分离条件的确定

在确定地塞米松磷酸钠和地塞米松分离条件时发现，前者的色谱峰有严重的拖尾，在流动相中加入少量磷酸可抑制这种拖尾。加入磷酸后，两者的保留时间均延长，需加入更多的乙腈以增加流动相的洗脱强度。

两种物质在240 nm 波长下均有较强的紫外吸收，故选择240 nm 进行检测。

样品中的硫酸新霉素对分析无任何影响。

在上述色谱分离条件下，标准溶液的分离色谱图见图1。进样量为10 μl。

### 2.2 测定的线性范围

配制不同浓度的标准混合溶液，分别进样测定，

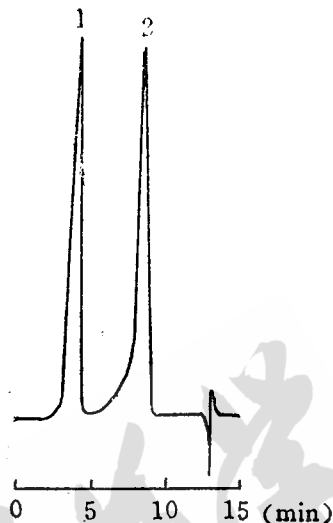


图1 标准溶液分离色谱图

峰：1.地塞米松磷酸钠，2.地塞米松

得到相应的峰高值。地塞米松磷酸钠和地塞米松测定的线性范围分别为0.03~2.6 μg和0.01~1.6 μg，峰高值(Y)与进样量(X)的回归方程分别为 $Y = 0.138 + 3.301X$ 和 $Y = 0.191 + 6.725X$ ，相关系数r分别为0.9994和0.9996。

### 2.3 回收率试验

在已知浓度的样品稀释液中加入一定量的地塞米松磷酸钠和地塞米松，进样分析。根据测定结果求得回收率。结果见表1。

表1 回收实验结果

组 分	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)
地塞米松磷酸钠	4.4	4.3	97.7
	7.2	7.3	101.4
	12.3	12.1	98.4
	20.6	20.8	101.0
	31.8	31.2	98.1
地塞米松	4.0	4.0	100.0
	8.6	8.8	102.3
	15.2	15.0	98.7

### 2.4 重现性试验

将样品稀释液重复进样分析数次，根据测定结果分别计算样品中地塞米松磷酸钠和地塞米松含量的平均值、标准偏差和相对偏差。结果见表2。

### 2.5 “的确当”眼药水样品测定结果

表2 重现性实验结果(n=5)

组 分	平均含量 (mg/ml)	标准偏差	相对 偏差 (%)
地塞米松磷酸钠	0.833	0.0031	0.37
地塞米松	0.228	0.0019	0.83

选取合格及失效的“的确当”眼药水若干种作为待测样品,准确量取1.0 ml,用蒸馏水稀释至10 ml,进样测定,进样体积为10  $\mu$ l。将测定结果乘以10,即得原样品含量。分析结果见表3。

表3 “的确当”眼药水分析结果

眼药水样品	地塞米松 磷酸钠 (mg/ml)	地塞米松 (mg/ml)
广州东康制药厂	0.882	0.003
广州何济公制药厂	1.004	0.004
久存样品1*(无沉淀)	0.833	0.229
久存样品2*(有沉淀)	0.029	0.226*
久存样品3*(有沉淀)	未检出	0.196*

\*不包括地塞米松沉淀。

## 2.6 结论

分析结果表明,“的确当”眼药水中的有效成分

地塞米松磷酸钠在一定条件下可分解生成地塞米松,当眼药水中的地塞米松含量达到一定的过饱和度时,便会以结晶的形式析出而产生沉淀,直到地塞米松磷酸钠完全分解。

用本法研究上述分解过程是很有效的。方法快速、准确,操作简便。

## 参 考 文 献

- 1 Dietzel K, Estes KS, Brewster M E et al. The use of 2-hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin as a vehicle for intravenous administration of dexamethasone in dogs. *International Journal of Pharmaceutics*, 1990, 59:225.
- 2 奚明宝, 杨亚莉, 邵珠民等. 差示分光光度法测定地塞米松磷酸钠注射液的含量. *药物分析杂志*, 1991, 11(5):291.
- 3 Koukli I I, Calokerinos A C. Continuous-flow chemiluminescence determination of some corticosteroids. *Analyst*, 1990, 115(12):1553.

·收稿日期, 1994-11-21

Determination of Dexamethasone Phosphate Sodium and Dexamethasone in  
Ocustilla Decadronis by HPLC

Yuan Jian-ping, Li Wen-de

(College of Light Industry and Food Engineering, South China University  
of Technology, Guangzhou 510641)

**Abstract** A high performance liquid chromatographic method is presented for the simultaneous determination of dexamethasone phosphate sodium and its degradation product dexamethasone in ocustilla decadronis. The chromatographic separation is achieved by using a MicroPak MCH-5-N-CAP(150×4 mm, 5 μm). The mobile phase consists of acetonitrile/water (32:68) with 0.9 ml/L of 85% phosphoric acid. Under these conditions dexamethasone phosphate sodium and dexamethasone are eluted after 6.3 and 11.3 minutes respectively and are monitored at 240 nm.

**Key words** dexamethasone phosphate sodium, dexamethasone, determination, HPLC

(on page 35)