



高效毛细管电泳法测定肤炎康霜中地塞米松磷酸钠的含量

肤炎康霜是本药学部自产的以氯霉素和地塞米松磷酸钠为主药的乳霜，临床上主要用于湿疹、过敏性皮炎、神经性皮炎及各种瘙痒等症，效果良好[1][2][3][4][5][6]。地塞米松磷酸钠的含量测定多采用高效液相色谱法[6][7][8]。高效毛细管电泳测定地塞米松磷酸钠的含量则未见报道。本实验采用高效毛细管电泳法测定了处方中地塞米松磷酸钠的含量，报告如下。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器与试药

Waters公司高效毛细管电泳仪；石英毛细管柱(60 cm×70 μm)；Millennium32数据处理系统；地塞米松磷酸钠对照品(Sigama)；肤炎康霜(10 g，南方医院药学部自制)；四硼酸钠、氢氧化钠均为分析纯。

1.2 电泳操作条件

采用压力进样，进样量为50 kPa/s，柱温25 ℃，分离电压25 kV，检测波长240 nm。电泳缓冲液为100 mmol/L四硼酸钠溶液(pH 9.2)。

1.3 缓冲液的配制

精密称取19.1 g四硼酸钠溶于500 ml超纯水中，配成100 mmol/L四硼酸钠电泳缓冲液溶液，pH 9.2。

1.4 对照品溶液的配制

精密称取地塞米松磷酸钠对照品10.0 mg置于50 ml量瓶中，加缓冲液至刻度，摇匀，配成0.2 mg/ml的地塞米松磷酸钠对照品溶液。

1.5 线性关系考察

精密吸取地塞米松磷酸钠对照品溶液1、2、3、4和5 ml置于10 ml量瓶中，加缓冲液至刻度，摇匀，按上述电泳条件，分别进样10 s，计算回归方程。

1.6 精密度试验

精密吸取地塞米松磷酸钠对照品溶液2 ml置于10 ml量瓶中，加缓冲液至刻度，摇匀，按上述电泳条件，分别进样10 s，重复进样5次。

1.7 稳定性试验

将同一对照品溶液在相同电泳条件下，分别于0、2、4、6、8、16和24 h进样10 s，重复进样5次。

1.8 加样回收试验

精密称取已测知含量的肤炎康霜约2.5 g，置于25 ml量瓶中，用75%乙醇溶解、定容，摇匀，过滤，弃去初滤液。精密量取续滤液2.0 ml置于25 ml容量瓶中，再加入地塞米松磷酸钠对照品贮备液2.0 ml，加缓冲液至刻度，摇匀，进样10 s，计算回收率。

1.9 样品测定

取肤炎康霜3批，精密称取适量置50 ml容量瓶中，用75%乙醇，溶解、定容，摇匀，过滤，弃去初滤

液，取续滤液2 ml置 25 ml容量瓶中，加缓冲液至刻度，摇匀，进样10 s，记录电泳图，以外标法计算含量。

2 结果

2.1 线性关系考察结果

地塞米松磷酸钠在20~100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度范围内，HPCE测得线性回归方程为： $A=1712.6 C+461$ ， $r=0.9998$ ($n=5$)，其中A为地塞米松磷酸钠电泳图的峰面积，C为地塞米松磷酸钠的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

2.2 精密度试验结果

在上述电泳条件下，测得地塞米松磷酸钠含量的相对标准差(RSD)=1.06%，表明仪器精密度良好。

2.3 稳定性试验结果

在上述电泳条件下，测得地塞米松磷酸钠含量的RSD为1.19%，表明地塞米松磷酸钠在24 h内测定结果稳定。

2.4 加样回收试验结果

加样回收试验结果表明地塞米松磷酸钠的平均回收率为99.75%，RSD为1.03%。

2.5 样品测定结果。

肤炎康霜中地塞米松磷酸钠在上述电泳条件下，能与其它成分得到良好地分离，地塞米松磷酸钠的保留时间为11.205 min，3批样品含量的百分标示量分别为99.3%、101.2%、99.6%。

3 讨论

缓冲液pH值是影响HPCE分离的重要因素。不同的pH值缓冲液一定程度上改变了分离溶质的表现电荷数，使之形成不同的质荷比，从而产生两者差速电迁移结果。我们曾比较磷酸盐(pH 5.6)、硼砂(pH 9.0)、四硼砂钠(pH 9.2)3种缓冲液，结果发现，采用pH为9.2的四硼砂钠缓冲液时分析时间短，峰形尖锐、对称并达到基线分离，且分析时间最短。

增加缓冲液浓度会改变毛细管内壁双电层厚度和溶液粘度，进而降低分离溶质电迁移速度，使电泳分离度有所改善。但是，缓冲液浓度过大，不可避免地会造成毛细管内焦耳热升高，反而使分离效能降低。因此，我们在兼顾电泳分离度与焦耳热效应的前提下，在选定四硼砂钠作缓冲液的基础上，对3种不同浓度的缓冲液进行比较，由峰形及分离效果发现100 mmol/L缓冲液优于50和150 mmol/L的缓冲液。

研究表明[8]，柱温降低分离度变好，但柱效减低，分析时间变长。综合考虑分离度和迁移行为的变化，本实验选用25 $^{\circ}\text{C}$ 柱温较合适。分离电压是毛细管电泳的一项重要参数，实验表明，增加组分的迁移速度是减少谱带展宽、提高分离效率的重要途径，增加电场强度可以达到提高速度的目的。但高场强度导致通过毛细管的电流增加，从而增大焦耳热[8]。在25 kV时，分离选择性最佳。

我们利用高效毛细管电泳法直接测得肤炎康霜中地塞米松磷酸钠的含量，方法简便、准确、快速、重复性很好，可作为该样品的含量控制方法。

参考文献：

[1] 戴开金，罗奇志，罗佳波，等. 葛根芩连方药中小檗碱、药根碱和巴马汀的高效毛细管电泳分析[J]. 第一军医大学学报，2003，23(7)：683-5.

Dai KJ, Luo QZ, Luo JB, et al. High-performance capillary electrophoresis for determining the contents of berberine, jatrorrhizine and palmatine in Gegenqinlian decoction[J]. J First Mil Med Univ/ Di Yi Jun Yi Da Xue Xue Bao, 2003, 23(7): 683-5.

[2] 晏媛，许重远，陈志良，等. 高效毛细管电泳测定蒲公英及妇洁灌肠液中咖啡酸的含量[J]. 第

Yan Y, Xu ZY, Chen ZL, et al. High-performance capillary elec-trophoresis for determining caffeic acid content in Fujie enema and Taraxacum mongolicum Hand.-Mazz[J]. J First Mil Med Univ/Di Yi Jun Yi Da Xue Xue Bao, 2004, 24(4): 456-9.

[3] 许重远, 晏 媛, 陈振德, 等. 中药狗脊总多糖的测定及高效毛细管电泳指纹图谱研究[J]. 中药材, 2004, 27(1): 22.

Xu ZY, Yan Y, Chen ZD, et al. Determination of the total poly-sac-charides in Rhizoma Cibotii and its constituents and fingerprints analysis with HPCE[J]. J Chin Med Mat, 2004, 27(1): 22.

[4] 郭 丹, 陈娜娜, 杨西晓, 等. 高效毛细管电泳测定注射用盐酸头孢吡肟的含量[J]. 中国抗生素杂志, 2004, 29(4): 214-6.

Guo D, Chen NN, Yang XX, et al. Determination of cefepime dihy-drochloride for injection by HPCE[J]. J Chin Antibiot, 2004, 29(4): 214-6.

[5] 郭 丹, 陈娜娜, 王向东, 等. 高效毛细管电泳测定阿莫西林口服混悬剂中的阿莫西林的含量[J]. 广东药学院学报, 2004, 20(2): 128-9.

Guo D, Chen NN, Wang XD, et al. Determination of amoxicillin in amoxicillin oral suspension by HPCE[J]. J Guangdong Coll Pharm, 2004, 20(2): 128-9.

[6] 中华人民共和国药典委员会. 中国药典(二部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 929.

[7] 姜雄平, 于文胜. 复方脑栓通注射液中地塞米松磷酸钠的HPLC测定[J]. 中国医药工业杂志, 1996, 27(4): 173-4.

Jiang XP, Yu WS. HPLC determination of dexamethasone sodium phosphate in compound nao-shuan-tong injection[J]. Chin J Pharm, 1996, 27(4): 173-4.

[8] 范国荣, 张正行, 陈 伟, 等. 高效毛细管电泳分离中焦耳热现象的考察[J]. 中国药科大学学报, 1996, 27(2): 87-90.

Fan GR, Zhang ZX, Chen W. Study on joule heat in the separation of high performance capillary electrophoresis[J]. J Chin Pharm Univ, 1996, 27(2): 87-90.

参考文献:

[1] 戴开金, 罗奇志, 罗佳波, 等. 葛根芩连方药中小檗碱、药根碱和巴马汀的高效毛细管电泳分析[J]. 第一军医大学学报, 2003, 23(7): 683-5.

Dai KJ, Luo QZ, Luo JB, et al. High-performance capillary elec trophoresis for determining the contents of berberine, jatrorrhizine and palmatine in Gegenqinlian decoction[J]. J First Mil Med Univ/ Di Yi Jun Yi Da Xue Xue Bao, 2003, 23(7): 683-5.

[2] 晏 媛, 许重远, 陈志良, 等. 高效毛细管电泳测定蒲公英及妇洁灌肠液中咖啡酸的含量[J]. 第一军医大学学报, 2004, 24(4): 456-9.

Yan Y, Xu ZY, Chen ZL, et al. High-performance capillary elec-trophoresis for determining caffeic acid content in Fujie enema and Taraxacum mongolicum Hand.-Mazz[J]. J First Mil Med Univ/Di Yi Jun Yi Da Xue Xue Bao, 2004, 24(4): 456-9.

[3] 许重远, 晏 媛, 陈振德, 等. 中药狗脊总多糖的测定及高效毛细管电泳指纹图谱研究[J]. 中药材, 2004, 27(1): 22.

Xu ZY, Yan Y, Chen ZD, et al. Determination of the total poly-sac-charides in Rhizoma Cibotii and its constituents and fingerprints analysis with HPCE[J]. J Chin Med Mat, 2004, 27(1): 22.

[4] 郭 丹, 陈娜娜, 杨西晓, 等. 高效毛细管电泳测定注射用盐酸头孢吡肟的含量[J]. 中国抗生素

杂志, 2004, 29(4): 214-6.

Guo D, Chen NN, Yang XX, et al. Determination of cefepime dihydrochloride for injection by HPCE[J]. J Chin Antibiot, 2004, 29(4): 214-6.

[5] 郭丹, 陈娜娜, 王向东, 等. 高效毛细管电泳测定阿莫西林口服混悬剂中的阿莫西林的含量[J]. 广东药学院学报, 2004, 20(2): 128-9.

Guo D, Chen NN, Wang XD, et al. Determination of amoxicillin in amoxicillin oral suspension by HPCE[J]. J Guangdong Coll Pharm, 2004, 20(2): 128-9.

[6] 中华人民共和国药典委员会. 中国药典(二部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 929.

[7] 姜雄平, 于文胜. 复方脑栓通注射液中地塞米松磷酸钠的HPLC测定[J]. 中国医药工业杂志, 1996, 27(4): 173-4.

Jiang XP, Yu WS. HPLC determination of dexamethasone sodium phosphate in compound naoshuan-tong injection[J]. Chin J Pharm, 1996, 27(4): 173-4.

[8] 范国荣, 张正行, 陈伟, 等. 高效毛细管电泳分离中焦耳热现象的考察[J]. 中国药科大学学报, 1996, 27(2): 87-90.

Fan GR, Zhang ZX, Chen W. Study on joule heat in the separation of high performance capillary electrophoresis[J]. J Chin Pharm Univ, 1996, 27(2): 87-90.

[回结果列表](#)