

高效液相色谱法测定水氯酊中主要成分的含量

郑子华¹, 周 斌²

(1. 贵州省贵阳市第二人民医院药剂科, 贵州 贵阳 550005; 2. 贵州省疾病预防控制中心, 贵州 贵阳 550004)

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2003)06-0040-01

摘要 目的: 测定水氯酊中氯霉素和水杨酸的含量。方法: 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为 0.4% 磷酸溶液-甲醇 (50:50), 紫外检测波长为 304 nm, 流速为 1.0 mL/min。结果: 氯霉素的线性范围为 9.0~45.0 μg/mL, 回收率为 95.85%, RSD 为 1.82%; 水杨酸的线性范围为 18.5~94.0 μg/mL, 回收率为 101.17%, RSD 为 1.49%。结论: 方法简便、准确, 可作为水氯酊的质控方法。

关键词 水氯酊; 高效液相色谱法; 含量测定

水氯酊是皮肤外用制剂, 其主要成分为氯霉素和水杨酸, 临床用于治疗痤疮和感染性皮肤病, 疗效较好。笔者用高效液相色谱法 (HPLC 法) 测定水氯酊中氯霉素和水杨酸的含量, 获得满意结果。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Waters 液相色谱系统 (包括 Waters 600 泵、Waters 2487 紫外检测器、Waters 717 自动进样品、Waters millennium² 色谱工作站); TU-1901 紫外可见分光光度计。

1.2 试剂

氯霉素对照品 (中国药品生物制品检定所), 水杨酸对照品 (中国药品生物制品检定所), 水氯酊 (本院制剂室提供), 甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 0.4% 磷酸溶液-甲醇 (50:50); 检测波长: 304 nm; 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 进样量: 10 μL。在此色谱条件下的水氯酊样品的 HPLC 图谱见图 1。

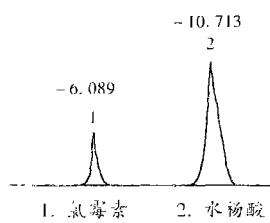


图 1 水氯酊 HPLC 图谱

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备

精密称取氯霉素和水杨酸对照品适量, 用甲醇溶解并稀释成浓度分别为 0.1 mg/mL 和 0.05 mg/mL 的混合溶液, 摇匀即得。

2.2.2 供试品溶液的制备

精密量取样品溶液 1 mL, 置 200 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀即得。

2.3 线性关系试验

精密量取对照品溶液 4, 8, 12, 16, 20 μL, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 计算峰面积。以组分峰面积积分值为纵坐标, 对照

品进样量 (μg) 为横坐标进行线性回归, 得回归方程:

氯霉素 $A = 926580C - 4904$, $r = 0.99997$, 在 9.0~45.0 μg/mL 范围内浓度与峰面积线性关系良好;

水杨酸 $A = 1644242C - 28288$, $r = 0.99996$, 在 18.5~94.0 μg/mL 范围内浓度与峰面积线性关系良好。

2.4 精密度的试验

精密量取对照品溶液, 重复进样 5 次, 每次 10 μL, 氯霉素和水杨酸 5 次进样的峰面积积分值的 RSD 分别为 0.6% 和 0.57%, 表明仪器的精密性良好。

2.5 稳定性试验

取供试品溶液, 分别于 0, 1, 2, 4, 8 h 进样 10 μL, 记录色谱图, 计算峰面积, 氯霉素和水杨酸的 RSD 值均为 0.68%。结果显示, 供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.6 加样回收试验

精密量取供试品溶液 0.5 mL, 置 200 mL 量瓶中, 再精密加入两种对照品的混合溶液 4.0, 5.0, 6.0 mL, 加甲醇稀释至刻度, 按含量测定项下方法测定, 求得氯霉素的平均回收率为 95.85%, RSD = 1.82%; 水杨酸的平均回收率为 101.17%, RSD = 1.49%。

2.7 样品含量测定

精密量取供试品 10 μL, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。精密量取含氯霉素 0.1 mg/mL 及水杨酸 0.05 mg/mL 的对照品混合溶液 10 μL, 同法测定, 按外标法以峰面积计算含量, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

	样品含量 (mg/mL)			$\bar{X} \pm SD (%)$	RSD (%)
	1	2	3		
氯霉素	8.916	9.134	9.513	9.188 ± 0.300	3.3
水杨酸	18.755	19.222	19.633	19.203 ± 0.440	2.3

3 讨论

用 HPLC 法同时测定水氯酊中氯霉素和水杨酸的含量, 二者各峰值分离良好, 测量不受组分中其它成分的干扰。本方法操作简单, 结果准确, 适用于水氯酊的含量测定。

(收稿日期: 2002-11-06)

3.7 稳定性试验

取批号为 010312 的样品, 配制成 0.33 mg/mL 溶液, 分别于室温放置 0, 4, 8, 24, 32, 48 h 测含量, RSD = 0.83%。此样品的水溶液在室温下 48 h 内稳定。

3.8 样品含量测定

取批号为 010312 的样品, 用水溶解稀释成 0.33 mg/mL 的溶液, 滤过, 取续滤液 20 μL 注入高效液相色谱仪中, 记录峰面积, 对照品溶液浓度为 33 mg/mL。同法操作, 记录色谱图, 按外标法计算

含量, 得批号为 010312, 010508, 010509, 010510 的样品其含量分别为 98.68%, 99.94%, 100.5%, 99.58%。

4 讨论

4.1 在 213 nm 波长处该药品主成分有较大吸收, 辅料没有吸收, 不干扰检测结果 (图 1)。

4.2 由于本品易溶于水, 在处方设计中又选用了合适的崩解剂, 故本样品溶出很好。

(收稿日期: 2002-11-05)