

圣肤霜为皮肤局部治疗药物, 样品测定结果显示, 在该基质中药物对皮肤的透过作用较弱, 这样更利于药物发挥对局部及较深层皮肤的治疗作用。

2 10 样品溶液的稳定性考察 取配制好的样品溶液, 在室温下放置 0、2、4、8h 后分别测定含量, 结果显示, 样品溶液在 8h 内含量稳定, *RSD* 为 0.85%。

2 11 干扰试验 取不含醋酸地塞米松的圣肤霜空白基质皮肤释放液, 在本实验色谱条件下测定, 空白释放液在 240nm 波长处无特征吸收峰, 对测定结果无干扰。

3 讨论

圣肤霜是一个含有多味中药和一个化学药品的复方制剂, 其经皮释放液的含量测定受皮肤和中药的复杂组分干扰严重。本实验方法的建立, 经方法

学考察结果确定, 圣肤霜透皮吸收释放液中醋酸地塞米松的含量测定, 以乙腈-水 (52:48) 为流动相分离效果最佳; 在该色谱条件下, 经皮渗透释放液中其它组分对醋酸地塞米松色谱峰无干扰影响, 可达到主成分色谱峰与杂质色谱峰完全分离。本方法测定结果准确可靠。

参考文献:

- [1] 赵维娟, 张梅, 许景峰, 等. 高效液相色谱法测定甲巯咪唑乳膏的含量 [J]. 解放军药学报, 2002, 18(3): 181
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 (二部) [S]. 北京: 化学工业出版社, 2000 附录 32

(收稿日期: 2006-08-08; 修回日期: 2007-03-12)

(本文编辑 狄亚敏)

文章编号: 1008-9926(2007)06-0468-03 中图分类号: R927.2 文献标识码: A

高效液相色谱法测定不同产地茵陈中绿原酸的含量

赵祥军^①, 马艳芹, 黄正明

(解放军第 302 医院 药学部 北京 100039)

摘要: 目的 采用高效液相色谱法测定不同产地茵陈中绿原酸的含量, 考察不同产地的茵陈的质量。方法 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 SunFire™ C₁₈ 柱 (4.6mm × 150μm, 5μm); 检测波长为 327nm; 流动相为乙腈-0.4% 磷酸溶液 (13:87); 流速为 1ml/min; 柱温为室温。结果 本实验测定采集时间为 2006 年 3 月份产地为山西苛岚、河北承德、山东胶南的茵陈中绿原酸含量分别为 0.320%、0.280%、0.297%, 并且测定绿原酸含量的线性范围为 0.1~0.6μg, *r* = 0.9997 (*n* = 6), 平均加样回收率为 96.02%, *RSD* 为 0.28%。结论 不同产地的茵陈中绿原酸的含量存在差异; 该方法简便、准确、重现性好, 可作为茵陈中绿原酸的含量测定方法。

关键词: HPLC; 茵陈; 绿原酸; 含量测定

The Determination of Chlorogenic Acid in Artemisia Capillaris Produced in Different Areas by HPLC

ZHAO Xiang-Jun^①, MA Yan-Qin, HUANG Zheng-Ming

(Pharmacy Department of Hospital 302 of PLA, Beijing 100039 China)

ABSTRACT: **Aim** To determine the content of chlorogenic acid in Artemisia capillaris produced in different areas by HPLC. **Methods** HPLC method was used. The column was SunFire™ C₁₈ (4.6mm × 150μm, 5μm). The detection wavelength was 327nm. The mobile phase consisted of acetonitrile-0.4% phosphoric acid (13:87). **Results** The content of chlorogenic acid was 0.320% for Artemisia capillaris grown in Kelan in Shanxi; 0.280% for those grown in Chengde in Hebei and 0.297% for those grown in Jinnan in Shandong. The linear range of chlorogenic acid was 0.1~0.6μg, *r* = 0.9997 (*n* = 6). The average recovery of the method was 96.02%, *RSD* = 0.28%.

Conclusion The content of chlorogenic acid in Artemisia capillaris varies across areas. This method is simple, accurate, reproducible and can be used to determine the chlorogenic acid in Artemisia capillaris.

^① 作者简介: 赵祥军 (1956-), 男, 山东胶南人, 副主任药师。研究方向: 药事管理。Tel: (010) 66933227

KEY WORDS HPLC; determination; Chlorogenic acid; *Artemisia capillaris*

茵陈为菊科蒿属多年生草本植物茵陈蒿 (*Artemisia capillaries* Thund) 或滨蒿 (*Artemisia scopuria* Wald stet Kit) 的干燥地上部分, 主产于山西, 河北及山东各省。茵陈作为治疗黄疸之要药, 以清热利湿, 利胆退黄为主要功效, 主要用于治疗黄疸以及传染性黄疸型肝炎。而绿原酸为其抗菌解毒, 消炎利胆的主要有效成分。本文采用高效液相色谱法对 2006年 3月份分别采于山西苛岚, 河北承德以及山东胶南的茵陈中绿原酸的含量进行测定, 方法简便、准确, 可作为茵陈中绿原酸的含量测定方法以及质量检查方法。

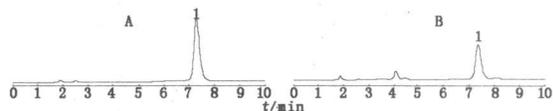
1 材料

1.1 仪器 Waters 600 高效液相色谱仪 (美国 Waters 公司); HS5150D 型超声波清洗仪 (昆山市超声仪器有限公司); Mettler Toledo AE163 型电子天平 (瑞士)。

1.2 试剂 绿原酸对照品 (中国药品生物制品检定所)。茵陈 [采集地点为山西苛岚、河北承德、山东胶南, 批号 YC060301, YC060302, YC060303 经解放军第 302 医院袁海龙博士鉴定为菊科蒿属植物茵陈蒿 (*Artemisia capillaries* Thund)]。乙腈、甲醇为色谱纯, 磷酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1] 色谱柱 SunFire™ C₁₈ (4.6mm × 150μm, 5μm); 流动相: 乙腈-0.4% 磷酸溶液 (13:87); 检测波长: 327nm; 柱温为室温; 在此条件下, 绿原酸与其它杂质峰达到基线分离, 因此可用于定量分析。理论塔板数按绿原酸峰计算不低于 1000。结果见图 1。



A 对照品 B 供试品 1 绿原酸

图 1 绿原酸的 HPLC 图

Fig 1 HPLC chromatograms of chlorogenic acid

2.2 溶液的制备 (1) 对照品溶液 精密称定绿原酸对照品适量, 置 100ml 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 振摇, 使完全溶解, 制成浓度为 40μg·mL⁻¹ 的溶液, 即得。(2) 供试品溶液 取供试品粉末 (过四号筛) 约 1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50%

甲醇 50ml 称定重量, 超声处理 30min, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml 置 50ml 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5, 15μl 注入色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 以绿原酸进样量 (μg) 为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制工作曲线, 计算得线性方程为

$$Y = 3E + 06X - 118.528 \quad r = 0.9997, \quad n = 6$$

绿原酸在 0.1~0.6μg 范围内线性关系良好。

2.4 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 10μl 按上述色谱条件, 重复进样 5 次, 测定供试品溶液中绿原酸峰面积值, 计算供试品峰面积积分值的 RSD 为 0.48%, 结果表明, 精密度符合规定。

2.5 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 10μl 按上述色谱条件, 每隔 1h 进样一次, 测定供试品溶液中绿原酸峰面积值, 在 4h 内, 供试品峰面积积分值的 RSD 为 1.83% (n = 5), 表明在 4h 内该样品较稳定。

2.6 重复性试验 取批号为 (YC060301) 的样品, 研细, 称取 1g 共 5 份, 精密称定, 按供试品溶液的制备方法制备待测液。按上述色谱条件, 分别测定待测液的绿原酸峰面积值, 计算含量。峰面积积分值的 RSD 为 2.40%, 结果表明: 此法测得的绿原酸含量差异小, 重现性较好。

2.7 加样回收试验^[2] 取供试品 (YC060301) 粉末 0.5g 6 份, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 分别加入浓度为 160μg·mL⁻¹ 的对照品溶液 10ml 然后按供试品溶液的制备方法制备待测液。精密量取 10μl 注入色谱仪, 依上述色谱条件测定待测液中绿原酸峰面积。经计算平均回收率为 96.02%, RSD 为 0.28%。结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果 (n = 6)

Tab 1 Recovery result (n = 6)

取样量 (g)	样品量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
0.5050	1616	1600	3160.8	96.55		
0.5027	1609	1600	3142.2	95.82		
0.5009	1603	1600	3137.8	95.92	96.02	0.28
0.5016	1605	1600	3140.7	95.98		
0.5020	1606	1600	3142.0	96.00		
0.5003	1601	1600	3134.3	95.83		

2.8 样品含量测定 分别取茵陈, 按供试品液制备方法制备成供试液, 依上述色谱条件测定样品中绿

文章编号: 1008-9926(2007)06-0470-03 中图分类号: R927.2 文献标识码: A

HPLC法测定复方氯霉素洗剂中氯霉素和水杨酸的含量

杨 辉^①, 崔爱瑛

(连云港市第二人民医院 江苏 连云港 222023)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法测定复方氯霉素洗剂中氯霉素和水杨酸含量。方法 色谱柱为 C₁₈ (150mm × 3.9mm, 5μm); 流动相为磷酸盐缓冲液 (0.01mmol L⁻¹, pH 3.5)-甲醇 (55:45); 流速为 1.0ml/min; 检测波长为 278nm; 柱温为 25℃。结果 氯霉素、水杨酸分别在 4.08~40.8μg mL⁻¹ (r = 0.9989)、7.76~77.6μg mL⁻¹ (r = 0.9990) 范围内呈良好的线性关系, 平均回收率分别为 100.5%、100.1%, RSD 分别为 0.52%、0.66% (n = 9)。结论 本方法简便、准确、快速、重现性好, 可用于该制剂的含量测定。

关键词: HPLC; 复方氯霉素洗剂; 氯霉素; 水杨酸

Determination of Chloramphenicol and Salicylic Acid in Chloramphenicol Lotion Compound by HPLC

YANG Hui^①, CUI Aiyang

(The Second Hospital of Lianyungang Lianyungang 222023, Jiangsu China)

ABSTRACT: **Aim** To establish an HPLC method for content determination of Chloramphenicol and Salicylic acid in Chloramphenicol Lotion Compound. **Methods** The separation was performed on an C₁₈ column. The mobile phase consisted of KH₂PO₄ buffer (0.01mmol L⁻¹, pH 3.5) in ethanol (55:45) with a flow rate at 1.0ml/min and detection wavelength at 278nm. The column temperature was 25°C. **Results** A good linear relation for Chloramphenicol and Salicylic acid was in the range of 4.08~40.8μg mL⁻¹, r = 0.9989, and 7.76~77.6μg mL⁻¹ (r = 0.9990) respectively. The average recovery was 100.5% (RSD = 0.66%) and 100.1% (RSD = 0.52%, n = 9), respectively. **Conclusions** This method was simple, accurate, rapid, reproducible and suitable for the determination.

KEY WORDS: Chloramphenicol lotion compound; Chloramphenicol; Salicylic acid; HPLC

复方氯霉素洗剂具有止痒、杀菌、消炎等作用,

临床用于治疗脂溢性毛囊炎型皮炎。据文献^[1]报

原酸峰面积, 根据标准曲线计算含量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果 (n = 9)

Tab 2 Determination result of the samples (n = 9)

批号	含量 (%)			\bar{x} (%)	RSD (%)
060301	0.32	0.33	0.31	0.320	3.12
060302	0.28	0.28	0.28	0.280	0
060303	0.29	0.30	0.30	0.297	1.95

3 讨论

3.1 本实验对同一采集时期不同采集产地的茵陈中绿原酸的含量进行了测定, 测定结果为 2006 年 3 月份采于山西苛岚、河北承德、山东胶南三地的茵陈中绿原酸的含量分别是 0.320%、0.280%、

0.297%, 此采收时期三地茵陈中绿原酸的含量差异最大为 0.04%。

3.2 本法简单、可靠, 易于操作, 重现性好, 可作为茵陈中绿原酸的含量测定方法

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 (一部) [S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 153
- [2] 邢俊波, 吴 禾. HPLC 法测定复方功木软胶囊中盐酸巴马汀的含量 [J]. 解放军药学学报, 2005, 21(6): 461

(收稿日期: 2006-10-11; 修回日期: 2006-11-30)

(本文编辑 魏 萍)

① 作者简介: 杨 辉 (1972-), 男, 陕西咸阳市人, 学士, 主管药师。研究方向: 临床药学。Tel 13776498010, (0518) 5013319; E-mail yanghui