

HPLC 测定水杨酸苯酚搽剂中水杨酸及苯酚的含量

刘道平¹, 金克宁², 葛新²

(1. 上饶铁路医院, 江西 上饶 334000; 2. 南昌铁路中心医院, 江西 南昌 330003)

摘要: 目的 建立测定水杨酸苯酚搽剂中水杨酸和苯酚含量的方法。方法 采用 RP-HPLC 法, μ Bondapak C₁₈ 色谱柱, 甲醇 - 0.01 mol L⁻¹ 醋酸钠 - 10% 乙酸 (50:50:0.2) 为流动相, 检测波长为 272 nm。结果 水杨酸及苯酚的线性范围分别为 0.01 ~ 0.06 mg ml⁻¹ ($r=0.9990$) 和 0.004 ~ 0.024 mg ml⁻¹ ($r=0.9991$); 加样回收率分别为 98.54%, $RSD=1.2\%$ ($n=7$) 及 98.68%, $RSD=0.48\%$ ($n=7$)。结论 所用方法简便、灵敏, 结果准确, 可用于该制剂的含量测定。

关键词: 水杨酸; 苯酚; 搽剂; 高效液相色谱法

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1006-0103(2005)04-0355-02

Determination of salicylic acid and phenol in liniment by HPLC

LIU Dao-ping¹, JIN Ke-ning², GE Xin²

(1. Shangrao Railway Hospital, Shangrao 334000, China; 2. Nanchang Central Railway Hospital, Nanchang 330003, China)

Abstract: **OBJECTIVE** To establish a method for determination of salicylic acid and phenol in liniment. **METHODS** An HPLC method was adopted. μ Bondapak C₁₈ column was used for stationary phase and methanol - 0.01 mol L⁻¹ sodium acetate - 10% acetic acid (50:50:0.2) as mobile phase, the detection wavelength was 272 nm. **RESULTS** The linear ranges of salicylic acid and phenol were 0.01 - 0.06 mg ml⁻¹ ($r=0.9990$) and 0.004 - 0.024 mg ml⁻¹ ($r=0.9991$), respectively. The average recovery was 98.54% with RSD of 1.2% and 98.68% with RSD of 0.48% ($n=7$). **CONCLUSION** This method is simple, accurate, sensitive and can be used for the quality control.

Key words: Salicylic acid; Phenol; Liniment; HPLC

CLC number: R927.2

Document code: A

Article ID: 1006-0103(2005)04-0355-02

水杨酸苯酚搽剂临床用于黄癣、脓疱疹、毛囊角化症及鱼鳞癣等的治疗, 由水杨酸、苯酚及花生油等组成。制剂中水杨酸的含量采用中和法测定、苯酚采用碘量法测定, 其操作烦琐, 且滴定终点不易掌握^[1]。为此, 建立反相高效液相色谱法同时测定两种成份, 结果可靠, 方法较简便, 可用于该制剂的质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

HPLC 系统包括 510 泵, 486 紫外检测器, U6K 进样阀 (美国 Waters 公司); HW-2000 色谱工作站 (千谱软件有限公司)。对照品水杨酸 (上海炎晨化工实业有限公司)、苯酚 (汕头光华化学厂) 含量均在 99% 以上; 甲醇为色谱纯; 其余试剂为分析纯; 水为重蒸馏水; 水杨酸苯酚搽剂 (自制)。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 采用 μ Bondapak C₁₈ 色谱柱 (300 mm \times 4.0 mm, 10 μ m); 流动相为甲醇 - 0.01 mol L⁻¹ 醋酸钠 - 10% 乙酸 (50:50:0.2); 检测波长 272 nm; 外标法定量; 流速 0.7 ml min⁻¹; 进样量 20 μ l。

1.2.2 溶液的配制 精密称取水杨酸 50 mg, 苯酚

20 mg, 分别置 100 ml 量瓶中, 加入流动相至刻度, 即得对照品溶液。精密称取水杨酸苯酚搽剂 9 g, 置 30 ml 分液漏斗中, 加入 0.1 mol L⁻¹ 的氢氧化钠溶液 10 ml, 充分振摇, 静置分层, 取下层溶液。重复操作 3 次, 合并下层溶液, 吸取 4 ml 置 50 ml 量瓶中, 加流动相至刻度, 混匀, 取 1 ml 置 25 ml 量瓶中, 加流动相至刻度, 即得供试品溶液。按供试品溶液的方法制备不含水杨酸及苯酚的空白样品溶液。

1.2.3 色谱分离情况及系统适用性试验 精密吸取对照品溶液 1 ml 至 10 ml 量瓶中, 用流动相定容, 使水杨酸及苯酚的含量分别为 50 μ g ml⁻¹ 和 20 μ g ml⁻¹, 再取供试品溶液和空白样品溶液, 按“1.2.1”项的色谱条件, 各进样 20 μ l (图 1)。理论板数按水杨酸峰及苯酚峰计算, 均不低于 2×10^3 , 两峰分离度

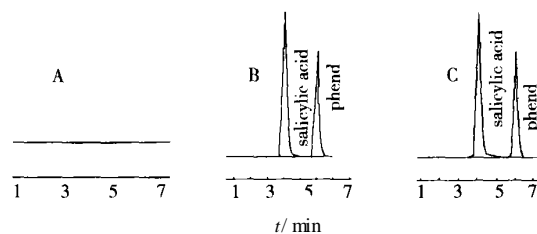


图 1 空白样品 (A)、对照品 (B) 和供试品 (C) 的色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms of blank (A), chemical reference substance (B) and sample (C)

作者简介: 刘道平, 男, 江西上饶, 副主任药师, 从事药品检验及药品管理工作。

为 6.3, 水杨酸峰及苯酚的保留时间分别为 3.98、5.98 min。

1.2.4 线性关系的考察 精密量取水杨酸及苯酚对照品溶液各 1、2、3、4、5、6 ml 置 50 ml 量瓶中, 加流动相定容, 取 20 μ l 进样。以峰面积为纵坐标、浓度为横坐标进行回归, 结果水杨酸及苯酚的直线方程分别为: $Y_{\text{水杨酸}} = 1.0484X + 0.9702$ ($r = 0.9990$) 及 $Y_{\text{苯酚}} = 1.9164X + 1.327$ ($r = 0.9991$)。水杨酸在 0.01 ~ 0.06 $\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$, 苯酚在 0.004 ~ 0.024 $\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ 浓度范围内的线性关系良好。

1.2.5 仪器精密度试验 取对照品溶液, 用流动相稀释, 使水杨酸与苯酚的含量分别为 50、20 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$, 进样 20 μ l, 重复 6 次, 水杨酸与苯酚峰面积的 RSD 分别为 0.72 %、0.67 %, 表明仪器精密度良好。

1.2.6 加样回收率试验 精取已知水杨酸与苯酚含量的供试品 9 g, 共 9 份, 3 份为一组, 每组分别精密加入水杨酸与苯酚的对照品适量, 使每组水杨酸的含量分别为 60、24、50 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$; 苯酚的含量分别为 20、40、16 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。按“1.2.2”项方法制备供试液, 并测定含量计算。3 个浓度组水杨酸的平均回收率分别为 99.41 % ($RSD = 1.0$ %)、98.54 % ($RSD = 1.2$ %) 和 98.81 % ($RSD = 0.93$ %); 苯酚的平均回收率分别为 98.31 % ($RSD = 1.3$ %)、98.68 % ($RSD = 0.48$ %)

和 99.61 % ($RSD = 0.85$ %)。

1.2.7 样品的测定及分析方法精密度 取 3 批样品, 按“1.2.2”项下方法, 测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ($n = 5$)

Table 1 Determination results of samples ($n = 5$)

Batch No.	Labeled amount/ %	
	salicylic acid (\bar{X})	phenol (\bar{X})
040210 - 1	101.3	100.9
040210 - 2	99.25	98.32
040210 - 3	98.93	99.12

2 讨论

被测物的保留时间随流动相酸性增强而延长, 其中水杨酸变化较大, 苯酚变化较小, 这是由于离子抑制产生的效果。

萃取液的 pH 对回收率的影响很大, 回收率随 pH 升高而增大, 但当 pH 升高至 14 时, 萃取液呈轻微混浊, 有轻微乳化现象, 而萃取液 pH 为 13 时, 萃取液澄清, 测得的回收率完全满足要求。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药政局. 中国医院制剂规范[S]. 第 2 版. 北京: 中国医药科技出版社, 1995. 86

收稿日期: 2004 - 07

HPLC 测定滇黄芩中黄芩苷的含量

苏 健, 向 东, 张赉华, 张雯洁

(云南省药品检验所, 云南 昆明 650011)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法测定滇黄芩药材中黄芩苷的含量。方法 色谱柱为 Agilent Zorbax SB - C_{18} 柱 (4.6 mm \times 150 mm, 5 μ m), 甲醇 - 0.2 % 磷酸 (45 : 55) 为流动相, 柱温 25 $^{\circ}\text{C}$, 流速 1 $\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$, 紫外检测波长 280 nm。结果 线性范围 0.2336 ~ 1.1680 μg ($r = 0.9999$), 平均回收率为 99.13 %, $RSD = 1.13$ % ($n = 9$)。结论 所用方法简便、准确、重复性好, 可作为滇黄芩药材质量控制的有效方法。

关键词: 高效液相色谱法; 滇黄芩; 黄芩苷

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1006 - 0103(2005)04 - 0356 - 03

Determination of baicalin content in *Scutellaria amoena* C. H. Wright by HPLC

SU Jian, XIANG Dong, ZHANG Yun - hua, ZHANG Wen - jie

(Yunnan Institute for Drug Control, Kunming 650011, China)

Abstract: **OBJECTIVE** To determine baicalin content in *Scutellaria amoena* C. H. Wright. **METHODS** An HPLC method was adopted. The separation was performed on Zorbax SB - C_{18} column (4.6 mm \times 150 mm, 5 μ m) with a mobile phase of methanol - 0.2 % phosphoric acid (45 : 55). The flow rate was 1.0 $\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$ and the detective wavelength was 280 nm. **RESULTS** The linearity of the method was well within the range of 0.2336 to 1.1680 μg , and the average recovery of baicalin was 99.13 % with RSD of 1.13 % ($n = 9$). **CONCLUSION** The method is simple, accurate and reliable. It can be used for quality control of *Scutellaria amoena* C. H. Wright.

Key words: HPLC; *Scutellaria amoena* C. H. Wright; Baicalin

CLC number: R927.2

Document code: A

Article ID: 1006 - 0103(2005)04 - 0356 - 03

作者简介: 苏健, 男, 云南, 硕士, 从事中药检验及中药、民族药质量标准的研究