

· 药物分析与检验 ·

洁肤霜中有效成分的HPLC测定法

原永芳 苏 晴 阎阿丽 石力夫 (第二军医大学长海医院药学部, 上海 200433)

摘要 采用高效液相色谱法,以氢化考的松为内标,在Nova-Pak C_{18} 柱上,甲醇—0.025 mol/L KH_2PO_4 水溶液为流动相,分离测定了洁肤霜中氯霉素和醋酸地塞米松的含量。操作简便,结果准确。测得氯霉素的回收率为98.61%, $RSD=0.7\%$;地塞米松的回收率为97.65%, $RSD=1.0\%$ 。

关键词 氯霉素 醋酸地塞米松 氢化考的松 高效液相色谱法

洁肤霜在临床上用于治疗皮炎、结肿等多种皮肤病,疗效较好,其主要有效成分为氯霉素、醋酸地塞米松。本文以氢化考的松为内标,用反相高效液相色谱法同时测定了霜剂中氯霉素和地塞米松的含量,方法简便,灵敏,结果准确。

1 仪器和试剂

Waters 810 液相色谱仪,包括510泵,484可变波长紫外检测器,Baseline 810计算机控制及处理系统。

氯霉素、醋酸地塞米松及氢化考的松对照品由中国药品生物制品检定所提供。洁肤霜为我院配制,所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 色谱条件

色谱柱为Nova-Pak C_{18} 柱(3.9×150 mm, 10 μm);流相相:甲醇—0.025 mol/L KH_2PO_4 水溶液(45:55);流速1.6 ml/min;检测波长260 nm;检测灵敏度为0.05 AUFS。

2.2 标准曲线的制备

精密称取氢化考的松对照品,配成浓度为251.6 $\mu g/ml$ 的内标液。再精密称取氯霉素、醋酸地塞米松对照品,配成浓度分别为300.6 $\mu g/ml$ 、30.89 $\mu g/ml$ 的混合标准液。于10 ml容量瓶中,加入1 ml内标液,再分别加入上述混合标准液0.2 ml, 0.6 ml, 1.0 ml, 1.4 ml, 2.2 ml,加甲醇至刻度,摇匀。进样10 μl ,以各组分与内标的峰面积比A与进样浓度C进行回归,得线性方程,

$$\text{氯霉素 } A = 0.02849C + 0.0083 \quad r = 0.9993$$

$$\text{醋酸地塞米松 } A = 0.02004C + 0.0021$$

$$r = 0.9991$$

线性范围分别为:氯霉素6.012—66.13 $\mu g/ml$,
醋酸地塞米松0.6178—6.796 $\mu g/ml$ 。

2.3 样品分析

精密称取洁肤霜约2.5 g,加甲醇30 ml,于50°C水浴上溶解,再放置冰浴上使基质析出,滤过,滤液置100 ml容量瓶中,用适量甲醇洗涤容器及滤器,洗涤液并入容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。精密吸取该液1 ml置10 ml容量瓶中,另加内标液1 ml,用甲醇稀释至刻度,摇匀后即可进样分析,进样量为10 μl 。

2.4 干扰性实验

按处方量取空白基质适量(约2.4 g),参照样品分析方法处理测定,结果如图1,样品的色谱图如图2。可见基质不干扰洁肤霜中有效成分的测定。

2.5 回收率测定

取氯霉素、醋酸地塞米松对照品及软膏基质适量,按处方比例模拟配制,与样品分析方法同样操作,进行回收率测定。氯霉素的回收率为98.61% ($RSD=0.7\%$, $n=5$);醋酸地塞米松的回收率

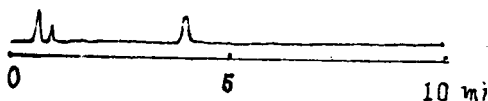


图1 洁肤霜空白基质的色谱图

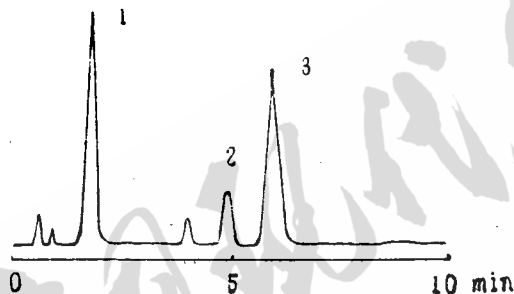


图2 洁肤霜的色谱图

1-氯霉素 2-地塞米松 3-氢化考的松

为97.65% ($RSD = 1.0\%$, $n = 5$)。

2.6 方法重现性考察

将测定回收率的样品溶液分别在同日内的不同时间(4, 8, 12, 16 h)和日间(1, 2, 3 d)进行HPLC分析, 结果氯霉素的日内精密密度为 $RSD = 0.8\%$ ($n = 5$), 日间为 $RSD = 0.9\%$ ($n = 3$); 醋酸地塞米松的日内精密密度为 $RSD = 1.3\%$ ($n = 5$), 日间为 $RSD = 1.4\%$ ($n = 3$)。表明方法的重现性较好。

2.7 样品分析结果

取洁肤霜(批号951121)约2.5 g, 精密称定, 按样品分析方法同样操作进行含量测定。氯霉素的标示含量为97.21%, $RSD = 0.7\%$; 醋酸地塞米松的标示含量为98.30%, $RSD = 1.4$ 。

收稿日期: 1996—12—24

Determination of the Effective Constituents in Jiefushuang by HPLC

Yuan Yong-fang, Shu Qing, Yan A-li, Shi Li-fu

(Dept. of Pharmacy, Changhai Hospital, Shanghai 200433)

Abstract Chloromycetin and dexamethason in Jiefushuang were determined by HPLC using Nova-Pak C18 column. The mobile phase was methonal-0.025 mol/L KH_2PO_4 water solution. Hydrocortisone was used as the internal standard. This method was simple and the results was precise. The average recoveries of Chloromycetin and dexamethason were 97.12% (RSD=0.9%) and 96.85% (RSD=1.3%), respectively.

Key words chloromycetin, dexamethason, hydrocortisone, HPLC

(on page 34)