

HPLC 法测定水杨酸苯酚洗剂中苯酚和水杨酸的含量

毛桂福 (广西柳州市铁路中心医院药剂科, 广西 柳州 545007)

摘要 目的:建立 HPLC 法分离测定水杨酸苯酚洗剂中水杨酸和苯酚的含量。**方法:**色谱柱为 Shim-pack CLC-CN 柱,柱温:40℃,流动相为甲醇-水(28:72),以冰醋酸调节 pH 至 5.0;检测波长为 277nm。**结果:**水杨酸和苯酚的线性范围分别为 10.0~500.0μg/mL($r = 0.9999$)和 10.0~200.0μg/mL($r = 0.9999$),平均回收率分别为 100.9%和 100.8%。**结论:**本方法简便、准确,可用于水杨酸苯酚洗剂的质量控制。

关键词 水杨酸;苯酚;高效液相色谱法

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2005)04-0226-02

Determination of salicylic acid and phenol in salicylic acid and phenol lotion by HPLC

MAO Gui-fu (Department of Pharmacy, Railway Central Hospital of Liuzhou, Liuzhou 545007, China)

ABSTRACT Objective: To establish a HPLC method for the determination of salicylic acid and phenol in salicylic acid and phenol lotion. **Methods:** Shim-pack CLC-CN column was used, and the column temperature was maintained at 40℃. The mobile phase was consisted of methanol and water(28:72), and adjusted to pH 5.0 by glacial acetic acid. The flow rate was 0.9mL/min. The detection wavelength was 277nm. **Results:** The linear range of standard curve of salicylic acid and phenol were between 10.0~500.0 μg/mL($r = 0.9999$) and between 10.0~200.0 μg/mL($r = 0.9999$), respectively. The average recovery was 100.9% and 100.8%. **Conclusion:** The method was simple, accurate. It can be used for the quality control of salicylic acid and phenol lotion.

KEY WORDS salicylic acid; phenol; HPLC

水杨酸苯酚洗剂^[1]是医院常用的皮肤科制剂,具有杀菌、止痒和软化角质等作用。主要成分为水杨酸、苯酚、薄荷脑、甘油等。测定水杨酸、苯酚含量的方法有容量法、HPLC 法等^[1-3],以往的 HPLC 法多采用非极性的 C₁₈ 色谱柱,本文采用极性的 CN 色谱柱建立的高效液相色谱法测定水杨酸和苯酚含量,操作简便、准确、快速。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10AD 高效液相色谱仪(日本岛津);LC-10AD 泵,SPD-10A 可见-紫外检测器,CTO-10A 柱温箱,C-R7A 数据处理机;SK5200LH 超声清洗仪(上海科导超声仪器有限公司);760CRT 双光束紫外可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司);水杨酸对照品(购自南昌扬子洲制药厂,纯度为 99.9%,20020701),苯酚对照品(购自广东省江门市恒健药业有限公司,纯度为 99.5%,20030301),甲醇(购自天津市四友生物医学技术有限公司,色谱纯),其余为国产分析纯试剂。

作者简介:毛桂福(1969-),男,理学学士,主管药师。Tel:(0772)3923757

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取水杨酸和苯酚对照品各 2.5g,分别置 50ml 量瓶中,加 60% 乙醇溶解并定容成单一组分的储备液,置冰箱 4℃ 保存。临用前以 60% 乙醇稀释成 0.5,5mg/mL 的混合对照品溶液。

2.2 样品溶液的制备 精密量取水杨酸苯酚洗剂 5.0mL,置 50mL 量瓶中,加 60% 乙醇稀释至刻度,摇匀;再量取该稀释溶液 5.0mL,以 60% 乙醇定容于 100mL 量瓶,摇匀即得。

2.3 空白样品液的制备 按照水杨酸苯酚洗剂处方配制不含水杨酸和苯酚的空白洗剂,照 2.2 项下方法制成空白样品液。

2.4 色谱条件 色谱柱:Shim-pack CLC-CN 柱(6.0 mm × 150 mm,5 μm),柱温:40℃,流动相:甲醇-水(28:72),以冰醋酸调节 pH 至 5.0,检测波长为 277 nm;流速:0.9 mL/min;进样量:20 μL。

2.5 系统适应性 分别取空白样品液、对照品液和样品溶液 20 μL 进样,记录色谱图,见图 1。水杨酸的保留时间为 5.16min,理论塔板数为 2 420;苯酚

的保留时间为 6.69min,理论塔板数为 4 770。两个色谱峰的分度为 1.5,拖尾因子 T 均为 1.0。

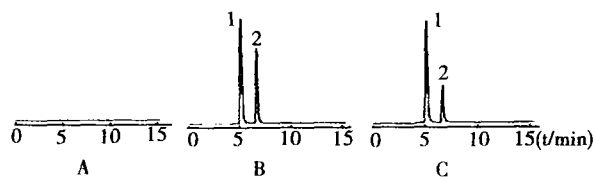


图 1 空白(A)、对照品(B)、样品(C) 高效液相色谱图
1-水杨酸;2-苯酚

2.6 线性关系考察 精密量取混合对照品液至 50mL 量瓶中,以 60% 乙醇稀释成浓度为 10.0, 20.0, 50.0, 100.0, 200.0, 500.0 μg/mL 的系列标准液,分别进样 20 μL,测定峰面积。以浓度 Y 对峰面积 X 进行线性回归,得水杨酸、苯酚标准曲线方程分别为:

$$Y = 1.608 \times 10^{-4} X + 0.845, r = 0.9999$$

$$Y = 1.342 \times 10^{-4} X + 0.518, r = 0.9999$$

结果水杨酸在 10.0 ~ 500.0 μg/mL、苯酚在 10.0 ~ 200.0 μg/mL 范围内浓度与峰面积有良好的线性关系。

2.7 精密度试验 取 2.6 项下对照品液,分别在日内不同时间(0,1,2,3,5h)和日间(0,1,2,3,4d)进样分析。结果水杨酸的日内和日间 RSD 分别为 0.8% 和 1.0%;苯酚的日内和日间 RSD 分别为 0.6% 和 0.9%。

2.8 加样回收率试验 精密量取已知含量的样品 5mL,置 50mL 量瓶中,精密加入一定量的对照品液,按 2.2 项下方法制成样品溶液进行分析测定。结果见表 1。

2.9 样品测定 精密量取样品 5mL 按 2.2 项下方法制成供试品溶液,进样 20 μL,按外标法计算含量,并与标准法^[1]比较。结果见表 2。

表 1 加样回收率试验结果 (n=5)

组分	样品含量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
水杨酸	103.22	50.00	154.10	101.76	100.9	0.8
	103.22	100.00	202.88	99.66		
	103.22	150.00	255.17	101.30		
苯酚	52.35	25.00	77.63	101.12	100.8	0.8
	52.35	50.00	102.80	100.90		
	52.35	75.00	127.68	100.44		

表 2 样品测定结果(标示量%, n=4)

批号	HPLC 法		标准法	
	水杨酸	苯酚	水杨酸	苯酚
031024	107.5	108.8	108.0	108.0
040511	101.0	103.1	101.0	100.0
040515	104.0	105.9	104.0	101.0

3 讨论

在 200 ~ 400nm 波长范围内扫描,水杨酸在 227nm 和 292nm 波长处有最大吸收;苯酚在 209nm 和 264nm 处有最大吸收;兼顾二者,选择 277nm 作为测定波长,以避免样品色谱图中二者的峰高相差太大。

考察了流动相甲醇-水的不同组成比例对水杨酸与苯酚分离情况的影响,结果表明选用甲醇-水(28 : 72) 作流动相,既可使水杨酸与苯酚的色谱峰达到基线分离,又能缩短分析时间。在流动相中加入微量的冰醋酸,可较大地增加水杨酸的保留值,但对苯酚影响不大。增加流动相中甲醇的比例,可缩短苯酚的保留时间。

参考文献:

- [1] 广西医院制剂规范. 第一册[S]. 1996. 158.
- [2] 朱小明. HPLC 法测定鸡眼膏中水杨酸、苯酚含量[J]. 广东药学, 2001, 11(3):5.
- [3] 张吟,郑兴中,黄惠玲. 反相高效液相色谱法同时测定止痒酊中水杨酸及苯酚含量[J]. 海峡药学, 2001, 11(2): 30.

收稿日期:2004-09-01

依普黄酮胶囊的制备及含量测定

朱海涛¹,邓雪华²,陈黎¹,杜士明¹,涂自良¹,陈吉炎¹(1. 郧阳医学院附属太和医院;2. 郧阳医学院,湖北 十堰 442000)

摘要 目的:制备依普黄酮胶囊剂,建立依普黄酮胶囊剂的含量测定方法。方法:用 L-HPC、微晶纤维素等辅料制备依普黄酮胶囊,采用紫外分光光度法进行含量测定,检测波长为 300.4nm。结果:在 3.95 ~ 15.79 μg/mL 浓度范围内吸收度与浓度呈良好线性关系(r = 0.9999),平均回收率为 100.4%,RSD 为 1.2% (n = 5)。结论:制备该胶囊工艺简单,质量可控。

作者简介:朱海涛(1968-),男,学士,主管药师。Tel:(0719)8801393.

关键词 依普黄酮;胶囊剂;紫外分光光度法;含量测定