

反相高效液相色谱法测定水杨酸苯酚搽剂中水杨酸及苯酚含量

饶晓兵 刘红欣

(南昌大学第四附属医院 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:采用反相液相色谱法,色谱柱采用 μ Bondapak C₁₈ 反相柱,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 (γ = 0.9990) 和 0.004 ~ 0.024 mg·mL⁻¹ (γ = 0.9993); 加样回收率分别为 98.54 %,RSD = 1.2 % (n = 7) 及 98.68 %,RSD = 0.48 % (n = 7);方法:精密度的 RSD=0.72 %~0.67 % (n = 5)。结论:方法简便、灵敏,结果准确,可用于该制剂的含量测定。

关键词:反相高效液相色谱法;水杨酸;苯酚;含量测定

中图分类号:R 927.2

文献标识码:B

文献编号: 1671-4040(2006)05-0082-01

水杨酸苯酚搽剂由水杨酸、苯酚及花生油等组成,临床用于黄癣、脓疱疹、毛囊角化症及鱼鳞癣等的治疗。按制剂规范,该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,其操作繁琐,且滴定终点不易掌握^[1]。为此,我们建立反相高效液相色谱法同时测定两种成分,结果可靠,方法较简便,可用于该制剂的质量控制。

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)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 采用 μ -Bondapak C₁₈ 色谱柱(300 mm× 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;定量方法为外标法;流速 0.7 mL·min⁻¹,进样量 20 μ L。

2.2 溶液配制 精密称取水杨酸 50mg,苯酚 20 mg,分别置 100 mL 量瓶中,加入流动相溶液至刻度,即得对照品溶液。精密称取水杨酸苯酚搽剂 9g,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,静置使之分层,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,加入流动相溶液至刻度,混匀,从中取 1mL 置 25 mL 量瓶中,加入流动相溶液至刻度,即得样品溶液。按样品溶液的方法制备不含水杨酸及苯酚的空白样品溶液。

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,再取样品溶液和空白样品溶液,按“2.1”项的色谱条件,各进样 20 μ L。理论板数按水杨酸峰及苯酚峰计算,均不低于 2000,两峰分离度为 6.3,水杨酸及苯酚保留时间分别为 3.98、5.98 min。

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 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 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、浓度为横坐标进行线性回归,结果水杨酸及苯酚的直线方程分别为:Y = 1.0484X

+ 0.9702 (r = 0.9990) 及 Y = 1.9164X + 1.327 (r = 0.9991)。水杨酸在 0.01 ~ 0.06 mg·mL⁻¹,苯酚在 0.004 ~ 0.024 mg·mL⁻¹ 的浓度范围内线性关系良好。

2.5 仪器精密度试验 取对照品溶液,用流动相稀释,使水杨酸及苯酚的含量分别为 50、20 μ g·mL⁻¹,进样 20 μ L,重复 6 次,水杨酸及苯酚峰面积的 RSD 分别为 0.72 %、0.67%,表明仪器精密度良好。

2.6 加样回收率试验 精密称取已知水杨酸及苯酚含量的样品 9g,共 9 份,3 份为一组,每组分别精密加入水杨酸及苯酚的对照品适量,使每组水杨酸及苯酚含量分别为 60mg·g⁻¹、24mg·g⁻¹、50mg·g⁻¹、20mg·g⁻¹ 和 40mg·g⁻¹、16mg·g⁻¹,按“2.2”项下方法制备成样品溶液,再测定含量后计算。结果 3 个浓度组水杨酸的平均回收率分别为 99.41 % (RSD 为 1.0 %)、98.54 % (RSD 为 1.2 %) 及 98.81 % (RSD 为 0.93 %),苯酚的平均回收率分别为 98.31 % (RSD 为 1.3 %)、98.68 % (RSD 为 0.48 %) 及 99.61 % (RSD 为 0.85 %)。

2.7 样品的测定及分析方法精密度 取 3 批样品,按 2.2 项下方法制成样品溶液,测定结果见表 1。

批号	标示含量	
	水杨酸	苯酚
040210-1	101.3 $\pm$ 1.01	100.9 $\pm$ 0.85
040210-2	99.25 $\pm$ 0.95	98.32 $\pm$ 0.78
040210-3	98.93 $\pm$ 1.21	99.12 $\pm$ 1.31

3 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,这是由于离子抑制作用产生的效果。萃取液的 pH 对回收率的影响很大,回收率随 pH 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: 2006-03-26)