

· 药物分析和鉴定 ·

## 高效液相色谱法测定疹痒宁霜中肤轻松和氯霉素的含量

沈阳军区总医院药剂科(沈阳 110015) 郭 涛 宋洪涛

沈阳药学院应用化学研究所(沈阳 110015) 米慕贞 周 密

疹痒宁霜是沈阳军区总医院研制的治疗湿疹、皮肤瘙痒、过敏性皮炎等症的中西药复方制剂,经临床 153 例疗效观察,总有效率达 92.8%<sup>[1]</sup>。由于组份较多,主药肤轻松含量低(1/万),分离难度大,故采用高效液相色谱外标法(标准曲线法),成功地测定了主药肤轻松和氯霉素含量。目前,尚未见到肤轻松和氯霉素同在一复方制剂中进行定量方法的报告,本方法简便、可靠,灵敏度高,测定结果满意。

### 实验方法

#### 一、仪器和试剂

试剂 肤轻松、氯霉素均为东北制药总厂提供;甲醇(AR)

仪器 日立—655型高效液相色谱仪;日立—655—60立型数据处理机。

#### 二、色谱条件

##### (一)肤轻松

色谱柱: ODS, 150mm × 4mm I.D. (大连物化所);

流动相: 甲醇—水 (75 : 25v/v), 流速 1ml/min;

UV 检测器波长: 240nm; 量程: 0.08 AUFS;

数据处理机条件: Chart Speed 1(1.25 mm min<sup>-1</sup>); Plot att 6 (32 mV full

scall); Sensitivity 10; Min Peak 1000。

##### (二)氯霉素

色谱柱: ODS, 150mm × 4mm I.D. (同前);

流动相: 甲醇—水 (65 : 35v/v); 流速 1ml/min;

UV 检测器波长: 278 nm; 量程: 0.08AUFS;

数据处理机条件: Chart Speed 2(2.5mm min<sup>-1</sup>); Plot att 6(32mV full scall); Sensitivity 10; Min Peak 10000

#### 三、色谱图

按本实验摸索的色谱条件进样获得色谱图(图 1,2)。

#### 四、标准曲线的绘制

##### (一)肤轻松标准曲线

精密称取肤轻松 10.0 mg 置 50 ml 容量瓶中,用甲醇溶解,定容。得浓度为 0.2mg ml<sup>-1</sup> 的标准溶液。取此溶液 1,2,3,4,5μl 进样,测得数据(表 1),由表 1 数据经回归处理得方程:

$$A = 236941.5m + 1992, r = 0.9999$$

表 1 肤轻松标准系列测得数据(n=3)

	肤轻松量(ug)				
	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
峰面积平均值	49616	97222	143093	192171	238833
CV(%)	0.45	0.66	0.57	0.30	0.68

## (二) 氯霉素标准曲线

精密称取氯霉素 10.0 mg 置 25 ml 容量瓶中,用甲醇溶解,定容。得浓度为 0.4 mg ml<sup>-1</sup> 的标准溶液。取此溶液 1,2,3,4,5,6,

10 μl 进样,测得数据(表 2),由表 2 数据经回归处理得方程:

$$A = 74553.5m + 766.4, r = 0.9999$$

表 2 氯霉素标准系列测得数据(n=3)

	氯霉素量(ug)						
	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0	2.4	4.0
峰面积平均值	28567	60344	91283	120043	151103	180402	297783
CV(%)	0.23	0.65	0.51	0.91	0.25	0.70	0.33

## 五、含量测定

## (一) 肤轻松的测定

将标准溶液稀释成 0.05 mgml<sup>-1</sup>,做随行标准曲线,  $A = 239840m + 83.6, r = 0.9999$

取疹痒宁霜约 2.5 g,精密称定,置 50ml 烧杯中。加甲醇适量于 80℃ 水浴中温热溶解。放至室温,转移至 25 ml 容量瓶中,用甲醇定容。过滤,弃去初滤液,取续滤液为样品溶液,进样量 10 μl,结果见表 3。

表 3 样品中肤轻松测定数据(n=4)

肤轻松测得量 (mg/25ml)	霜中含量 (mg/g)	相对标准差 (%)
0.2691	0.1078	0.9

## (二) 氯霉素的测定

取疹痒宁霜约 0.5 g,精密称定,置 50ml 烧杯中。加甲醇适量于 80℃ 水浴中温热使溶解。放至室温,转移至 25 ml 容量瓶中,用甲醇定容。过滤,弃去初滤液,取续滤液为样品溶液,进样量 3 μl,结果见表 4

表 4 样品中氯霉素测定数据(n=4)

氯霉素测得量 (mg/ml)	霜中含量 (%)	相对标准差 (%)
0.3429	1.56	1.5

## 六 回收率实验

## (一) 肤轻松

取疹痒宁霜约 2.5 g 共 3 份,精密称定,分别置 50 ml 烧杯中。精密量取标准溶液 0.5, 1.0 ml, 分别加入第二、三份中。以下处理同(五)项中样品处理,结果见表 5。

表 5 肤轻松回收率数据(n=3)

肤轻松加入量(mg)	肤轻松回收量(mg)	回收率(%)	相对标准差(%)
0.1	0.0939	96.9	1.9
0.2	0.2030	101.5	1.0

## (二) 氯霉素

取疹痒宁霜约 0.5 g 共 3 份,精密称定。分别置 50 ml 烧杯中,第二、三份分别加精密称定的氯霉素约 10, 20 mg, 以下处理同(五)

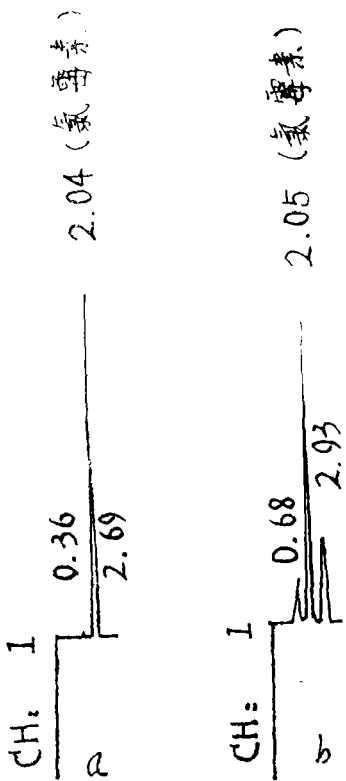


图1. 氯霉素-甲醇色谱图

a. 氯霉素

b. 霜样

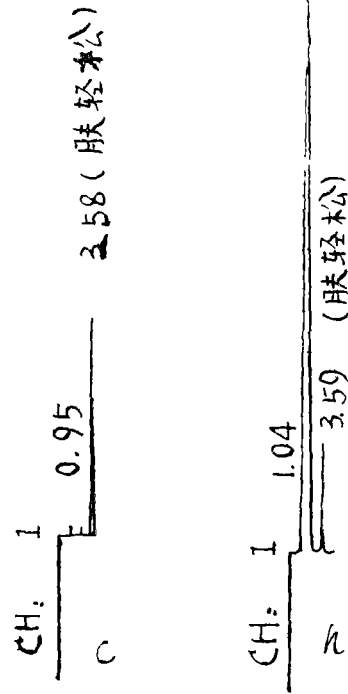


图2. 肤轻松-甲醇色谱图

c 肤轻松

d 霜样

1.75

3.59 (肤轻松)

2.58 (肤轻松)

2.05 (氯霉素)

2.04 (氯霉素)

项中样品的处理,结果见表6。

表6 氯霉素回收率数据(n=3)

氯霉素加入量(mg)	氯霉素回收量(mg)	回收率(%)	相对标准差(%)
10.3	9.8	95.1	0.6
20.5	20.7	101.0	0.6

### 七、阴性对照实验

(一)肤轻松 依处方比例分别取霜剂中除肤轻松外的各组分及辅料适量,加甲醇溶解,制成与样品溶液浓度相对应的阴性对照液,在相同色谱条件下进样,结果表明对肤轻松的测定全无干扰。

(二)氯霉素 依处方比例分别取霜剂中除氯霉素以外的各组分及辅料适量,以下处理同肤轻松,结果表明对氯霉素测定全无干

扰。

### 讨论

1. 本文研究了疹痒宁霜中的肤轻松和氯霉素浓度的HPLC法测定含量,方法灵敏、稳定、快速而准确,可作为疹痒宁霜的质控方法。

2. 由于处方中肤轻松含量低(0.1%),而氯霉素含量较高(15%),相差悬殊,故以HPLC法分别测定之。

3. 本法采用国产ODS色谱柱,价廉,同样获得了满意的分析结果。

致谢 本研究得到孙毓庆教授指导,特表谢意。

### 参 考 文 献

1. 郭涛等·药学情报通讯. 1991,9(1):45

## 胃萎康冲剂中总黄酮的含量测定

海军青岛疗养院(青岛 266071) 孙迎亮 王虹霞 朱蔚蔚

胃萎康冲剂系我院临床用于治疗慢性萎缩性胃炎多年,收到较满意的疗效。本方由20多味中药材配伍而成,其中半数以上含有黄酮类成份。本法通过甲醇以索氏提取器回流提取,样品液经无水乙醇进一步纯化,用比色法测定总黄酮的含量。

### 一、仪器、药品及试剂

751 G型分光光度计。标准品:芦丁(中国药品生物制品检定所)。样品:胃萎康冲剂(海军青岛疗养院)。亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠、无水乙醇等均为分析纯。

### 二、总黄酮的测定<sup>[1]</sup>

#### 1. 标准曲线绘制

精密称取105℃干燥至恒重的芦丁标准品67.5 mg,置50 ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度摇匀。精取10 ml于50 ml量瓶

中,用蒸馏水稀释至刻度摇匀。精密吸取以上标准液0.0 ml,0.5 ml,1.0 ml,2.0 ml,3.0 ml,4.0 ml,5.0 ml,6.0 ml分别置25 ml量瓶中各加水至6 ml,加5%亚硝酸钠溶液1 ml摇匀,放置6 min,加10%硝酸铝液1 ml,摇匀,放置6 min,加氢氧化钠试液10 ml加蒸馏水至刻度,摇匀,放置15 min,以第一管为空白,在500 nm波长处测定吸收度,以吸收度A对浓度C进行线性回归处理,线性回归方程为: $Y = 0.7293 + 93.0334x$ ,  $r = 0.999$  (n=7)

#### 2. 样品液的制备

取本品研细,过40目及60目筛,取通过40目而不能通过60目筛的部分,于105℃干燥至恒重,精密称取约5 g加硅藻土0.5 g,混匀,放于100目筛网中,置索氏提取器中,