

10、15 和 20 min 结果一致,所以选用超声 15 min。

3.3 本方法精密度、准确度好,操作简便,可用于复方苯硝那敏片中维生素 B₆、苯巴比妥、马来酸氯苯那敏和硝西洋含量测定。

参考文献:

[1] 刘刚,王驰,闵庆旺,等. 离子对 HPLC 测定特种维生素 B₆ 注射液维生素 B₆ 含量[J]. 解放军药化学学报,2003,19(4): 248.
 [2] 张怡. HPLC 测定复方长效氨茶碱中茶碱和苯巴比妥含量

[J]. 药物分析杂志,2002,20(2):132.
 [3] 杨文静,邹春梅. 液相色谱法测定硝基安定片的含量[J]. 山西医科大学学报,1999,(30)增刊:9.
 [4] 李小清. 高效液相色谱测定复方磷酸可待因溶液中的扑尔敏含量[J]. 中国药业,2001,10(1):29.
 [5] 方洪壮,雷力,孙长海. 紫外分光光度法测定复方苯巴比妥的含量[J]. 中国医院药学杂志,1996,16(7):304.
 [6] 李贵明,安健康,员克明,等. 薄层色谱扫描法测定家兔尿中硝基安定含量的研究[J]. 山西临床医药杂志,1997,6(1): 35.

收稿日期:2007-03-22

高效液相色谱法测定氯霉素醇溶液中氯霉素的含量

刘海英,杨宁,黄力,沈振华,苏芳(北京军区药检所,北京 100071)

摘要 目的:建立高效液相色谱法测定氯霉素醇溶液中氯霉素的含量。**方法:**采用高效液相色谱法,色谱柱为 ZORBAX 80A Extend-C₁₈(4.6 mm × 150 mm,5 μm);以乙腈-0.1% 庚烷磺酸钠溶液(25 : 75)为流动相;检测波长:278 nm;流速:1 mL/min;柱温:35℃;进样量:10 μL。**结果:**浓度在 24.74 ~ 247.4 μg/mL($r = 0.9999$) 范围内具有良好线性关系,平均回收率为 99.28%,RSD 为 0.27% ($n = 9$)。**结论:**方法可靠、简单可行,可用于测定氯霉素醇溶液中氯霉素的含量。

关键词 氯霉素醇溶液;高效液相色谱法;含量测定

中图分类号:R927.2 **文献标识码:**A **文章编号:**1006-0111(2008)04-0289-03

Determination of chloramphenicol alcoholic solution by HPLC

LIU Hai-ying, YANG Ning, HUANG Li, SHEN Zhen-hua, SU Fang(Institute for Drug and Instrument Control of United Logistics Department of Beijing Command, PLA, Beijing 100071, China)

ABSTRACT Objective:To developed a method for determination of chloramphenicol alcoholic solution. **Methods:** HPLC method was carried out on a ZORBAX 80A Extend-C₁₈ column(4.6 mm × 150 mm,5 μm) with UV detection at 278 nm. The mobile phase was acetonitrile-0.1% sodium heptanesulfonate(25 : 75) with a flow rate of 1.0 mL/min. The column temperture was 35 °C and the inject volumes was 10 μL. The content of chloramphenicol was calculated by external standardization method. **Results:** There was a good linear relationship for chloramphenicol within the range of 24.74 ~ 247.4 μg/mL($r = 0.9999$). The average recovery was 99.28% and RSD was 0.27% ($n = 9$). **Conclusion:** The method is simple, specific and not interfered by excipients. It is accurate for quality control of chloramphenicol alcoholic solution.

KEY WORDS chloramphenicol ; HPLC; alcoholic solution

氯霉素醇溶液具有抗菌消炎作用,用于脂溢性皮炎、毛囊炎及痱子等。收载于《中国人民解放军医疗机构制剂规范》2002 年版,其主要成分氯霉素的含量测定目前有采用紫外分光光度法,有采用 C₈ 色谱柱 HPLC 法,氯霉素中有关物质有氯霉素二酯物及对硝基苯甲醛,因此笔者采用高效液相色谱法

C₁₈ 色谱柱测定其含量,结果准确,重现性好,可用于本品的质量控制。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Agilent 1100 型高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司),UV-2450 岛津紫外可见分光光度计(日本岛津公司),R200D 沙多利斯电子分析天平。

1.2 试剂 氯霉素对照品(批号 130555-200501,含

作者简介:刘海英(1976-),女,学士,主管药师. Tel:(010)66716346, E-mail:liuhaiyingz@sohu.com;lhy197176@sohu.com.

量 99.5%)、氯霉素二醇物对照品(批号 130436-200302)和对硝基苯甲醛对照品(批号 130562-200501、含量 98.9%)(中国药品生物制品检定所);5%氯霉素醇溶液(白求恩国际和平医院;批号:06091101、06091102、06091103);1%氯霉素醇溶液(解放军第 251 医院;批号:060909-1、060909-2、060909-3);乙腈和庚烷磺酸钠为色谱纯、二甲基甲酰胺、冰醋酸和乙醇为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 对照品溶液 精密称取氯霉素对照品 24.74 mg,置 50 mL 量瓶中,加乙醇 2.5 mL 溶解后,加水稀释至刻度,摇匀,作为储备液。精密量取储备液 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液 精密量取供试品适量,用水定量稀释制成每 1 mL 中含 0.1 mg 的溶液,作为供试品溶液。

2.2 色谱条件的选择

2.2.1 测量波长的选择 氯霉素对照品溶液经紫外吸收光谱扫描,在 278 nm 处有最大吸收,故确定检测波长为 278 nm,结果见图 1。

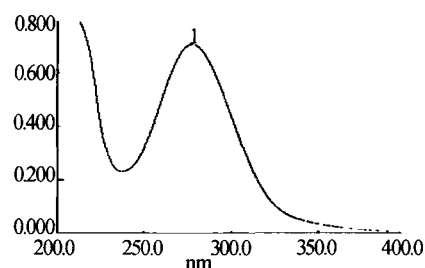


图 1 氯霉素对照品紫外吸收光谱扫描图

2.2.2 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: ZORBAX 80A Extend-C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm);紫外检测器波长:278nm;流动相组成:乙腈-0.1%庚烷磺酸钠溶液(取 0.1%庚烷磺酸钠溶液 500 mL 与二甲基甲酰胺 5 mL、冰醋酸 0.5 mL,混匀)(25 : 75);柱温:35 °C;流速:1 mL/min;进样量:10 μL。

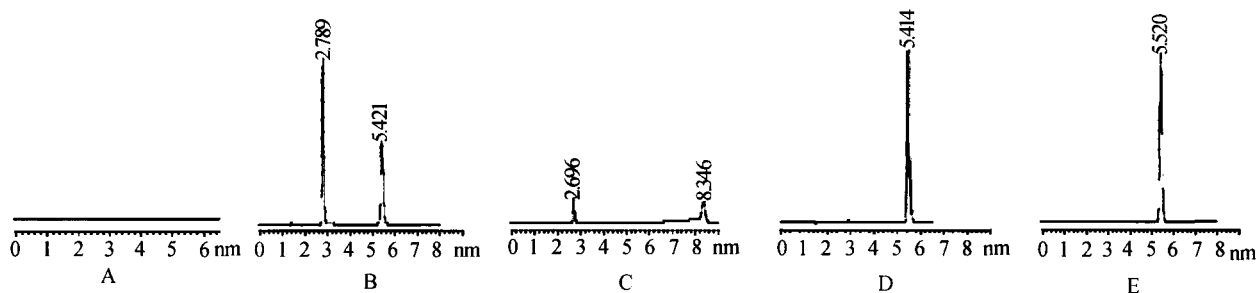


图 2 氯霉素空白液、对照品和供试品高效液相色谱图

A-空白;B-氯霉素对照品和氯霉素二醇物对照品;C-氯霉素二醇物对照品与对硝基苯甲醛对照品;D-氯霉素对照品;E-供试品

取氯霉素对照品和氯霉素二醇物对照品各适量,加乙醇适量使溶解(按氯霉素每 10 mg 加乙醇 1 mL 使溶解),用水稀释制成每 1 mL 中含 50 μg 的溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。理论板数按氯霉素峰计算不低于 2 500,二醇物峰与氯霉素峰的分度应大于 2.0。

2.3 专属性试验

2.3.1 空白对照试验 除氯霉素外,按照处方比例制备空白溶液,照上述色谱条件测定,空白溶液中色谱峰不干扰供试品溶液中氯霉素的测定。

2.3.2 有关物质干扰试验 精密称取氯霉素二醇物对照品与对硝基苯甲醛对照品适量,按氯霉素二醇物每 10 mg 加乙醇 1 mL 使溶解,用水定量稀释制

成每 1 mL 中含氯霉素二醇物与对硝基苯甲醛各 10 μg 的混合溶液,作为杂质对照品溶液,照上述色谱条件测定,结果表明杂质对照不干扰供试品溶液中氯霉素的测定。

2.4 线性关系考察 精密吸取对照品储备液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 分别置 10 mL 量瓶中,各加水稀释至刻度,摇匀,作为标准溶液。照上述色谱条件测定,记录色谱图,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行回归处理。得氯霉素回归方程: $S = 17.79492C + 19.28305$, $r = 0.9999$, $n = 6$,表明氯霉素在 24.74 ~ 247.4 μg/mL 的浓度范围内线性关系良好。

2.5 准确度试验(加样回收率试验) 采用加样回
(下转第 293 页)

3.2 笔者在筛选洗脱未包封的盐酸奈福泮的有机溶剂的预实验中,先后考察了甲醇、乙醇、丙酮、石油醚、乙酸乙酯等多种有机溶剂对盐酸奈福泮-β-环糊精包合物的影响,最后采用毒性较低、对包合物影响小的乙酸乙酯作为本法的洗脱溶剂,并确定了盐酸奈福泮-β-环糊精包合物包封率的测定方法。

3.3 本测定方法使用常规仪器,操作简便,结果准确,适用于盐酸奈福泮-β-环糊精包合物中盐酸奈福泮含量的测定。

参考文献:

[1] 黄锦益,黄凤形,吕昌恒,等. 奈福泮和阿片类药物在硬膜外自控镇痛中的应用[J]. 天津医药,2005,33(10):647.
 [2] 冯淑华. 盐酸奈福泮缓释片的制备和体外释放度[J]. 北京联合大学学报(自然科学版), 2006,20(2):14.
 [3] 中国药典 2005 年版[S]. 2005:532~533.

收稿日期:2007-12-03

(上接第 290 页)

收试验法。精密称取已测定过氯霉素含量的供试品(5%,批号 06091102)9 份,分别精密加入氯霉素适

量,按供试品溶液制备及上述色谱条件操作,依法制备、进样、记录色谱图、计算回收率,结果见表 1。表明本方法具有较好的回收率。

表 1 氯霉素醇溶液中氯霉素加样回收测定结果(n=9)

加入量 (mg)	原药实际量 (mg)	总测得量 (mg)	实测加入量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
3.993 6	4.960 5	8.898 3	3.937 8	98.60		
3.993 6	4.960 5	8.870 8	3.910 3	97.91		
3.993 6	4.960 5	8.867 7	3.907 2	97.84		
4.992 0	4.960 5	9.867 0	4.906 5	98.29		
4.992 0	4.960 5	9.880 4	4.919 9	98.56	98.28	0.27
4.992 0	4.960 5	9.867 6	4.907 1	98.30		
5.990 4	4.960 5	10.860 6	5.900 1	98.49		
5.990 4	4.960 5	10.844 2	5.883 7	98.22		
5.990 4	4.960 5	10.848 2	5.887 7	98.29		

2.6 稳定性试验 取对照品溶液,照上述色谱条件,分别在 0、3、6、9 h 依法测定,记录峰面积,结果峰面积的 RSD = 0.49%。表明在 9 h 内基本稳定,本方法有良好的稳定性。

2.7 精密度试验 取对照品溶液,按上述色谱条件重复进样 6 次,峰面积的 RSD = 0.13%。表明本方法重复性良好。

2.8 供试品含量测定 精密吸取氯霉素对照品溶液和供试品溶液各 10 μL,按上述色谱条件测定,以外标法计算供试品中氯霉素的含量,共测定 6 批供试品。结果见表 2。

表 2 供试品含量测定结果

批号	标示量 (%)
06091101	97.09
06091102	99.21
06091103	99.33
060909-1	95.14
060909-2	95.56
060909-3	95.52

3 讨论

本法能准确地测定氯霉素醇溶液中氯霉素的含量。该方法可靠,准确,灵敏度高,稳定性,重现性好且操作简便易行。

氯霉素是氯霉素醇溶液中的主要成分,采用流动相①乙腈-0.1%庚烷磺酸钠溶液(取 0.1%庚烷磺酸钠溶液 500 mL 与二甲基甲酰胺 5 mL、冰醋酸 0.5 mL,混匀)(25:75)②甲醇-水-冰醋酸(20:80:0.13)色谱柱 C₈ 和色谱柱 C₁₈ 分别考察两个有关物质(氯霉素二醇与对硝基苯甲醛)对测定结果的影响。结果表明,流动相①和色谱柱 C₁₈ 对三种成分(氯霉素、氯霉素二醇、对硝基苯甲醛)分离的效果最好,并且出峰时间较短。

参考文献:

[1] 中国人民解放军总后勤部编. 中国人民解放军医疗机构制剂规范 2002 年版[M]. 人民军医出版社,2003,100.
 [2] 中国药典 2005 年版[S]. 二部,2005:776.

收稿日期:2007-06-11