

HPLC 法测定氯甲霜中氯霉素和甲硝唑的含量

王晓燕^{1,2} 高丹² (1. 辽宁倍奇药业 辽宁丹东 118000; 2. 解放军第 230 医院)

摘要 目的: 建立高效液相色谱法测定氯甲霜中氯霉素和甲硝唑含量。方法: 色谱柱 Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为 0.1% 庚烷磺酸钠溶液 (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)-乙腈 (80:20), 流速为 1.0 ml·min⁻¹, 检测波长为 278 nm。结果: 氯霉素和甲硝唑浓度在 30 ~ 150 μg·ml⁻¹ 范围内均呈良好的线性关系, $r = 0.9996$ 和 $r = 0.9981$; 平均回收率分别为 101.23% ($RSD = 0.69\%$), 99.63% ($RSD = 0.61\%$) ($n = 9$)。结论: 本方法简便、准确, 可用于氯甲霜中氯霉素和甲硝唑的含量测定。

关键词 高效液相色谱法; 氯甲霜; 氯霉素; 甲硝唑

中图分类号: R927.2 **文献标识码**: A **文章编号**: 1008-049X(2010)06-0832-02

Determination of Chloramphenicol and Metronidazole in Compound Chloramphenicol Cream by HPLC

Wang Xiaoyan^{1,2}, Gao Dan² (1. Beiqi Pharmaceutical Company of Liaoning Province, Liaoning Dandong 118000, China; 2. No. 230 hospital of PLA)

ABSTRACT Objective: To establish an HPLC method for the determination of chloramphenicol and metronidazole in compound chloramphenicol cream. **Method:** The Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) was used, the mobile phase consisted of 0.1% sodium heptanesulfonate solution (a mixture of 0.1% sodium heptanesulfonate 500 ml, dimethylformamide 5 ml and acetic acid glacial 0.5 ml)-acetonitrile (80:20). The flow rate was 1.0 ml·min⁻¹, the detection wavelength was 278 nm. **Result:** The linear ranges of chloramphenicol and metronidazole both were 30-150 μg·ml⁻¹ ($r = 0.9996$ and $r = 0.9981$), the average recoveries ($n = 9$) were 101.2% and 99.6% with RSD 0.69% and 0.61%, respectively. **Conclusion:** The method is simple and accurate, it can be used for the quality control of compound chloramphenicol cream.

KEY WORDS HPLC; Compound chloramphenicol cream; Chloramphenicol; Metronidazole

氯甲霜是我院研制的含氯霉素和甲硝唑的皮肤外用制剂, 氯霉素与甲硝唑具有抗菌和消炎的作用, 用于治疗脂溢性皮炎和痤疮。氯霉素和甲硝唑的含量测定有分光光度法^[1,2] 色谱法^[3,4] 气相色谱法^[5] 等, 本文建立高效液相色谱法同时测定氯甲霜中氯霉素与甲硝唑两组分含量的方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪 (HITACHI, L7110), 氯霉素和甲硝唑对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号分别为 130555-200602, 100191-200305), 氯甲霜 [解放军第 230 医院制剂, 沈制字 (2008) F14013 号, 含氯霉素和甲硝唑分别为 2%], 其他试剂为色谱纯。

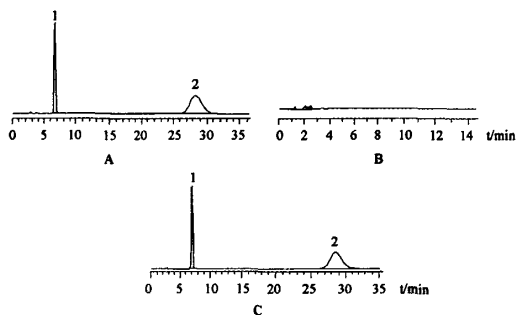
2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相: 0.1% 庚烷磺酸钠溶液 (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)-乙腈 (80:20), 流速为 1.0 ml·min⁻¹, 检测波长为 278 nm; 柱温: 室温; 进样量为 20 μl, 氯霉素和甲硝唑能够得到有效分离, 空白基质没有干扰 (见图 1)。

2.2 线性关系考察

分别精密称取甲硝唑和氯霉素对照品适量, 加甲醇溶解均制成浓度为 1 mg·ml⁻¹ 的对照品贮备液。分别精密量取对照品贮备液各 3, 6, 9, 12, 15 ml, 置于 100 ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 分别精密量取 20 μl 进样测定。以



A. 供试品 B. 空白样品 C. 对照品

1. 甲硝唑 ($t_R = 6.989$) 2. 氯霉素 ($t_R = 28.323$)

图 1 高效液相色谱图

峰面积对浓度进行线性回归, 氯霉素和甲硝唑的回归方程分别为 $Y = 2.11 \times 10^4 X + 3.57 \times 10^4$ ($r = 0.9996$) 和 $Y = 1.16 \times 10^4 X + 4.20 \times 10^4$ ($r = 0.9981$)。结果表明, 其浓度均在 30 ~ 150 μg·ml⁻¹ 范围内都呈良好的线性关系。

2.3 回收率试验

分别精密称取氯霉素和甲硝唑对照品适量, 按处方比例加入基质中制成含氯霉素、甲硝唑含量相当于标示量的 80%, 100%, 120%。按“2.7”项下方法测定并计算回收率。氯霉素和甲硝唑的平均回收率分别为 101.2% (RSD 0.69%) 和 99.6% (RSD 0.61%) ($n = 9$)。

通讯作者: 王晓燕 Tel: (0415) 2357221 E-mail: wxypfarm@163.com

HPLC-ELSD 法测定复方川贝母片中贝母素甲的含量

高光伟 (南阳市中心医院 河南南阳 473000) 张建业 冯向东 (南阳市食品药品检验所)

摘要 目的: 建立复方川贝母片中贝母素甲的含量测定方法。**方法:** 用 Agilent-ODS C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 柱, 流动相为乙腈-水-二乙胺 (70:30:0.3); ELSD 漂移管温度 70 ℃; 载气流速 2.0 L·min⁻¹; 柱温 35 ℃。**结果:** 贝母素甲与相邻峰得到很好分离, 进样量在 0.165~0.990 μg 时线性关系良好 ($r=0.999\ 2$); 平均加样回收率为 98.52% ($RSD=2.56\%$)。**结论:** 本法结果准确, 便于操作, 可作为复方川贝母片的质量控制方法之一。

关键词 HPLC-ELSD 法; 复方川贝母片; 川贝母; 贝母素甲

中图分类号: R927.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-049X(2010)06-0833-03

Determination of Peimine in Compound Fritillaria Tablets by HPLC-ELSD

Gao Guangwei (Central Hospital of Nanyang, He'nan, Nanyang 473000, China), Zhang Jianye, Feng Xiangdong (Nanyang Institute for Food and Drug Control)

ABSTRACT Objective: To establish the method of determining peimine in compound fritillaria tablets. **Method:** HPLC-ELSD was used to determine peimine in compound fritillaria tablets. The chromatographic analysis were carried on Agilent-ODS C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) column, The mobile phase was acetonitrile- water -diethylamine (70:30:0.3) at 35 ℃. Drift tube temperature was 70 ℃, gas flow rate was 2.0 L·min⁻¹. **Result:** Peimine were separated well. The calibration curves was linear within the ranges of 0.165-0.990 μg ($r=0.999\ 2$). The average recovery was 98.52% ($RSD=2.56\%$). **Conclusion:** The method is simple and rapid, and is suitable for quality control of compound fritillaria tablets.

KEY WORDS HPLC-ELSD; Compound fritillaria tablets; Fritillariae cirrhosae bulbus; Peimine

复方川贝母片由川贝母、麻黄、远志、桔梗等十一味中药 组成, 具有止咳化痰、平喘之功效。用于咳嗽、痰喘等症。方

通讯作者: 冯向东 Tel: (0377)63893589 E-mail: fxdem123@yahoo.com.cn

2.4 精密度试验

取“2.3”项下同一浓度氯霉素和甲硝唑对照品溶液 20 μl, 按“2.1”项下色谱条件连续测定 6 次, 记录峰面积。结果: 氯霉素和甲硝唑的 RSD 分别为 0.58% 和 0.64% ($n=6$)。

2.5 稳定性试验

取同一供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件, 分别放置 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 后进样 20 μl 测定, 记录峰面积。结果, 氯霉素和甲硝唑 RSD 分别为 0.48%, 0.37% ($n=6$), 表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.6 重复性试验

精密称取同一批号样品 5 份, 按“2.7”项下方法制备供试品溶液, 各取 20 μl 进样, 测定, 样品中氯霉素含量为 91.0% (标示量), RSD 为 0.4%; 甲硝唑含量为 102.5% (标示量), RSD 为 0.3% ($n=5$)。

2.7 样品含量测定

取本品约 500 mg (约相当于氯霉素 10 mg, 甲硝唑 10 mg), 精密称定, 置于烧杯中, 加甲醇 5 ml, 超声 10 min 使其溶解后, 转移至 100 ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 过滤, 精密量取续滤液 15 ml 置于 50 ml 量瓶中, 用流动相稀

释至刻度, 进样 20 μl, 照外标法 (峰面积) 计算含量, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果 ($n=3$)

批号	标示量 (%)	
	氯霉素	甲硝唑
090603	96.3	102.5
090605	99.5	98.5
090613	100.4	101.3

3 讨论

本方法简便、准确, 空白基质没有干扰, 可用于氯甲霜中氯霉素和甲硝唑的含量测定。

参 考 文 献

- 1 中国药典[S]. 2005 年版. 二部. 614, 7761
- 2 张煜鑫, 戴其昌. 双波长分光光度法测定甲硝唑氯霉素酊中甲硝唑的含量[J]. 中国现代应用药学杂志, 2006, 23(3): 545-546
- 3 蓝红梅, 陈彬, 林丹凌. HPLC 法测定复方氯霉素乳膏中主药的含量[J]. 中国药房, 2008, 18(7): 236-237
- 4 陈丽佳, 吴伟明. 离子对高效液相色谱法同时测定人血浆中阿莫西林和甲硝唑浓度[J]. 儿科药学杂志, 2006, 12(4): 4-6
- 5 谢维平, 陈春祝, 黄盈煜, 等. 气相色谱-质谱法测定化妆品中的氯霉素[J]. 色谱, 2006, 24(6): 659

(2009-05-25 收稿 2010-01-27 修回)

HPLC法测定氯甲霜中氯霉素和甲硝唑的含量

作者: [王晓燕](#), [高丹](#), [Wang Xiaoyan](#), [Gao Dan](#)
作者单位: [王晓燕, Wang Xiaoyan \(辽宁倍奇药业, 辽宁丹东, 118000; 解放军第230医院\)](#), [高丹, Gao Dan \(解放军第230医院\)](#)
刊名: [中国药师](#) 
英文刊名: [CHINA PHARMACIST](#)
年, 卷(期): 2010, 13 (6)
被引用次数: 1次

参考文献(5条)

1. [中国药典\(二部\)](#) 2005
2. [谢维平;陈春祝;黄盈煜](#) [气相色谱-质谱法测定化妆品中的氯霉素](#) 2006(06)
3. [陈丽佳;吴伟明](#) [离子对高效液相色谱法同时测定人血浆中阿莫西林和甲硝唑浓度](#)[期刊论文]-[儿科学杂志](#) 2006(04)
4. [蓝红梅;陈彬;林丹凌](#) [HPLC法测定复方氯霉素乳膏中主药的含量](#)[期刊论文]-[中国药房](#) 2008(07)
5. [张煜鑫;戴其昌](#) [双波长分光光度法测定甲硝唑氯霉素酊中甲硝唑的含量](#)[期刊论文]-[中国现代应用药学杂志](#) 2006(03)

引证文献(1条)

1. [文远大](#), [马柯](#), [赵士治](#) [高效液相色谱法测定复方己唑乳膏中己烯雌酚、氯霉素和甲硝唑的含量](#)[期刊论文]-[中南药学](#) 2010(11)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201006028.aspx