

# 团 体 标 准

T/HZBX XXXX—2023

## 曲安奈德苯海拉明水杨酸酐主要成分的含量测定 高效液相色谱法

Determination method for Triamcinolone Diphenhydramine Salicylic Acid Tincture-  
High performance liquid chromatography

(征求意见稿)

2023 - XX - XX 发布

2023 - XX - XX 实施

惠州市标准化协会 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由惠州市食品药品检验所提出。

本文件由惠州市标准化协会归口。

本文件起草单位：惠州市食品药品检验所、广东省惠州市质量技术监督标准与编码所、惠州市皮肤病防治研究所。

本文件主要起草人：简淑娟、陈霞飞、林凤屏、陈雅慧、欧阳珠、黎晓敏、刘丽婷、邓频、朱文娟、黄秀丽、周萌、殷少恒。

# 曲安奈德苯海拉明水杨酸酐主要成分的含量测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本文件规定了曲安奈德苯海拉明水杨酸酐主要成分的高效液相色谱测定方法的原理、仪器与设备、试剂与材料、测定步骤、结果的计算、精密度等内容。

本文件适用于曲安奈德苯海拉明水杨酸酐主要成分水杨酸、醋酸曲安奈德、盐酸苯海拉明的含量测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《中华人民共和国药典》2020年版

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

试样用甲醇-水（70:30）稀释后，经液相色谱分离后，在波长240 nm测定，外标法定量。

## 5 仪器与设备

- 5.1 高效液相色谱仪：带紫外检测器或DAD检测器。
- 5.2 天平：感量为0.1 mg和0.01 mg。
- 5.3 超声波振荡器。
- 5.4 微孔有机过滤膜（孔径0.45 μm）。
- 5.5 超纯水机。

## 6 试剂与材料

### 6.1 通则

除非另有规定，本方法所用试剂均为分析纯。实验用水应符合《中华人民共和国药典》2020年版二部纯化水要求。

- 6.2 三乙胺（ $C_6H_{15}N$ ）。
- 6.3 磷酸（ $H_3PO_4$ ）。
- 6.4 甲醇（ $CH_3OH$ ）：色谱纯。
- 6.5 水杨酸对照品（ $C_7H_6O_3$ ）：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 6.6 醋酸曲安奈德对照品（ $C_{26}H_{33}FO_7$ ）：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 6.7 盐酸苯海拉明对照品（ $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$ ）：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 6.8 水杨酸对照品储备液（4 mg/mL）：准确称取水杨酸对照品40 mg（精确至0.01 mg），用甲醇溶解，转移至10 mL容量瓶中，用甲醇定容。
- 6.9 醋酸曲安奈德对照品储备液（1 mg/mL）：准确称取醋酸曲安奈德对照品10 mg（精确至0.01 mg），用甲醇溶解转移至10 mL容量瓶中，用甲醇定容。

- 6.10 盐酸苯海拉明对照品储备液(4 mg/mL): 准确称取盐酸苯海拉明对照品 40 mg(精确至 0.01 mg), 用水溶解, 转移至 10 mL 容量瓶中, 用水定容。
- 6.11 混合对照品储备液: 分别吸取以上三种对照品储备溶液各 1 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 用甲醇-水(70:30)定容。
- 6.12 标准系列工作液: 分别吸取混合对照品储备液用甲醇-水(70:30)稀释定容, 依次配制成水杨酸浓度为 25、50、100、200、300 μg/mL; 醋酸曲安奈德浓度为 1.25、2.5、5、10、15 μg/mL; 盐酸苯海拉明浓度为 25、50、100、200、300 μg/mL 的标准系列工作液, 临用时配制。

## 7 测定步骤

### 7.1 试样溶液的制备

精密吸取试样 1 mL, 用甲醇-水(70:30)定容至 100 mL, 0.45 μm 滤膜过滤后进行分析。

### 7.2 色谱条件

- 色谱柱: C<sub>18</sub> 色谱柱, 4.6 mm×250 mm, 5 μm 或同等性能的色谱柱;
- 流速: 1.0 mL/min;
- 柱温: 35 °C;
- 检测波长: 240 nm;
- 进样体积: 20 μL。
- 流动相: 甲醇-水(每 1000 mL 水中加三乙胺 7 mL, 磷酸调节 pH 值至 7.2)(70:30), 等度洗脱。

### 7.3 标准曲线的制作

将标准系列工作液注入液相色谱仪中, 测定相应的峰面积, 以标准工作液的浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。标准溶液的色谱图参见附录 A 中图 A.1。

### 7.4 试样溶液的测定

将试样溶液注入液相色谱仪中, 以保留时间定性, 同时记录峰面积, 根据标准曲线得到待测液中目标物的含量。

### 7.5 空白实验

取缺水杨酸、醋酸曲安奈德、盐酸苯海拉明的空白辅料, 按处方配制方法, 制备成空白溶液。按 7.2 项下色谱条件进样测定, 记录色谱图。结果表明辅料等其他成分对水杨酸、醋酸曲安奈德、盐酸苯海拉明测定无干扰。

## 8 结果的计算

试样中被测物的含量按式(1)计算, 计算结果保留两位有效数字:

$$X = \frac{\rho \times V}{m \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

- $X$  —— 试样中被测物的含量, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);
- $\rho$  —— 从标准曲线得到待测液中目标物的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);
- $V$  —— 试样溶液定容体积, 单位为毫升 (mL);
- $m$  —— 试样体积, 单位为毫升 (mL);
- 1000 —— 单位换算系数。

## 9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%。

#### 10 检出限和定量限

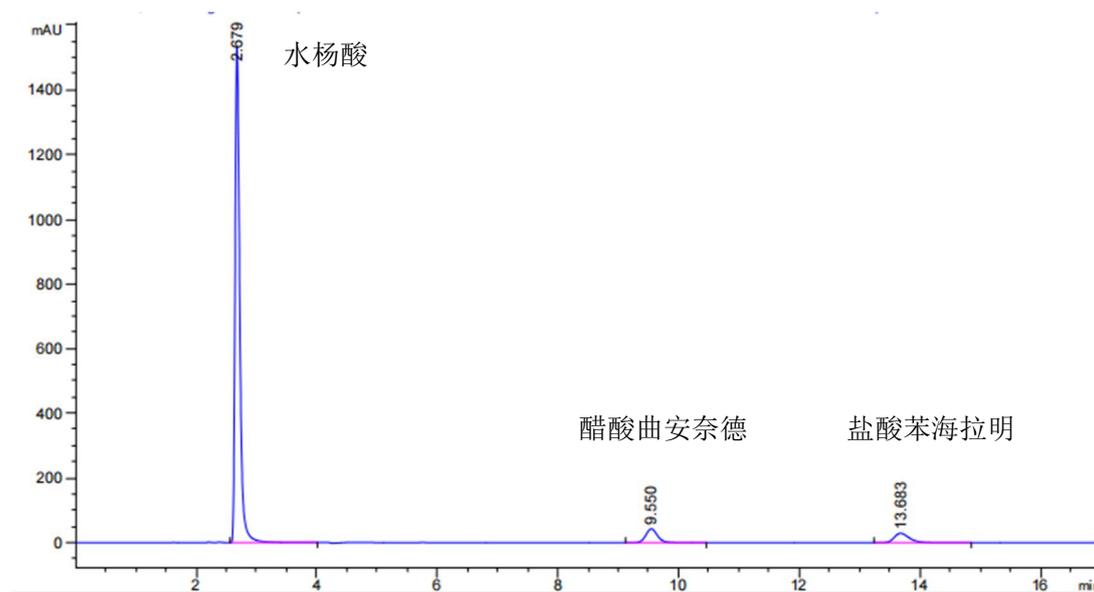
本标准中水杨酸的检出限为0.03  $\mu\text{g/mL}$ ，定量限为0.1  $\mu\text{g/mL}$ ；醋酸曲安奈德的检出限为0.06  $\mu\text{g/mL}$ ，定量限为0.2  $\mu\text{g/mL}$ ；盐酸苯海拉明的检出限为2.0  $\mu\text{g/mL}$ ，定量限为6.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

附录 A  
(资料性)

## 水杨酸、醋酸曲安奈德和盐酸苯海拉明对照品的液相色谱图

## A.1 水杨酸、醋酸曲安奈德和盐酸苯海拉明色谱图

见图A.1。

图A.1 水杨酸、醋酸曲安奈德和盐酸苯海拉明色谱图 (100、5 和 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )