**[复方克霉唑乳膏品种抑菌剂项目检验方法](http://www.nifdc.org.cn/directory/web/WS02/CL0883/9456.html)**

照高效液相色谱法（通则0512）测定。

供试品溶液 取本品内容物（约相当于克霉唑10mg），精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇28ml，置50℃水浴加热5分钟，时时振摇，取出后强烈振摇5分钟，加水12ml，摇匀放冷，加甲醇-水（7:3）稀释至刻度，摇匀，置冰浴中放置2小时，滤膜滤过，取续滤液即得。

对照品溶液 取羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、对羟基苯甲酸、羟苯甘油酯对照品适量，加甲醇-水（7:3）溶解并稀释成每1ml约含羟苯甲酯 24μg、羟苯乙酯12μg、羟苯丙酯12μg、对羟基苯甲酸5μg、羟苯甘油酯2.4μg的溶液。

系统适用性溶液 取克霉唑、对羟基苯甲酸、羟苯甘油酯、苯甲酸钠、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯对照品适量，加甲醇-水（7:3）溶解并稀释成每1ml约含克霉唑0.33mg、对羟基苯甲酸40μg、羟苯甘油酯40μg、苯甲酸钠40μg、羟苯甲酯40μg、羟苯乙酯40μg、羟苯丙酯40μg、羟苯丁酯40μg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（250mm×4.6mm, 5.0μm或效能相当的色谱柱）；以0.02mol/L醋酸铵溶液（醋酸调节pH4.6）为流动相A，甲醇为流动相B，按下表进行梯度洗脱；检测波长：257nm；进样体积：10μl；流速：1.0ml/min；柱温：35℃。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（min） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0 | 65 | 35 |
| 5 | 65 | 35 |
| 22 | 30 | 70 |
| 33 | 30 | 70 |
| 34 | 65 | 35 |
| 43 | 65 | 35 |

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，出峰顺序为：对羟基苯甲酸、羟苯甘油酯、苯甲酸钠、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯、克霉唑依次出峰，理论塔板数按羟苯甲酯峰计不低于5000；各峰之间的分离度应符合规定。

测定法 精密量取供试品溶液和对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

限度 测得的羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯等抑菌剂含量应为各企业处方量的80.0%～120.0%。