

复方水杨酸冰片软膏

Fufang Shuiyangsuan Bingpian Ruangao

Compound Benzoic Acid and Borneolum Syntheticum Ointment

本品含苯甲酸($C_7H_6O_2$)应为 11.2%~12.8% (g/g), 含水杨酸($C_7H_6O_3$)应为 5.4%~6.6% (g/g), 含冰片($C_{10}H_{18}O$)应为 0.80%~1.20% (g/g)。

【处方】	苯甲酸	120g
	水杨酸	60g
	冰片	10g
	基质	适量
制成		1000g

【性状】 本品为淡黄色软膏。

【鉴别】(1) 取本品约 0.5g, 加乙醇 2ml, 搅拌, 滤过, 滤液加氨试液 2 滴, 混匀, 水浴上蒸干, 残渣加水 0.5ml, 加三氯化铁试液 1 滴, 即显紫堇色并生成棕色沉淀。

(2) 在苯甲酸与水杨酸含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(3) 在冰片含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液龙脑峰与异龙脑峰的保留时间应与对照品溶液龙脑峰与异龙脑峰的保留时间一致。

【检查】 应符合软膏剂项下有关的各项规定(中国药典 2015 年版四部通则 0109)。

【含量测定】 苯甲酸与水杨酸 照高效液相色谱法(中国药典 2015 年版四部通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于苯甲酸 120mg 和水杨酸 60mg), 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加无水乙醇适量, 置水浴上加热, 充分振摇使溶解, 放冷, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 在 0℃的冰浴中放置 2 小时, 立即用 0.45μm 微孔滤膜滤过, 精密量取续滤液 2ml, 置 20ml 量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取苯甲酸对照品和水杨酸对照品各适量, 精密称定, 加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含苯甲酸 0.12mg 与水杨酸 0.06mg 的溶液, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-水-冰醋酸(30:66:4)为流动相; 检测波长为 275nm, 进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按苯甲酸峰计算不低于 2000, 苯甲酸峰与水杨酸峰之间的分离度应符合要求。

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

冰片 照气相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0521）测定。

内标溶液 取萘适量，加乙酸乙酯溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

供试品溶液 取本品适量（约相当于冰片 10mg），精密称定，置 25ml 量瓶中，精密加内标溶液 5ml，加乙酸乙酯适量，超声使冰片溶解，放冷，用乙酸乙酯稀释至刻度，摇匀，在 0℃ 的冰浴中放置 2 小时，立即以每分钟 5000 转的转速离心 15 分钟，取上清液，用 0.45μm 微孔滤膜滤过，取续滤液。

对照品溶液 取冰片对照品约 10mg，精密称定，置 25ml 量瓶中，精密加内标溶液 5ml，加乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 取冰片对照品和樟脑各约 10mg，置 25ml 量瓶中，精密加内标溶液 5ml，加乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 以聚乙二醇 20000（PEG-20M）为固定液（Thermo TG-WaxMS 或效能相当）的毛细管柱为色谱柱；起始温度为 90℃，以每分钟 4℃ 的速率升至 150℃，保持 10 分钟，再以每分钟 20℃ 的速率升至 200℃，保持 15 分钟；进样口温度为 200℃；检测器温度为 250℃。进样体积 1μl。

系统适用性要求 理论板数按龙脑峰计算不低于 5000，出峰顺序依次为樟脑峰、异龙脑峰、龙脑峰与萘峰，各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。按内标法以龙脑峰与异龙脑峰面积之和计算。

【类别】皮科用药。

【贮藏】密封保存。

起草单位：天津市药品检验研究院

复核单位：陕西省食品药品监督检验研究院