

HPLC 法测定盐酸伪麻黄碱扑尔敏胶囊含量

高素英 陈镇生 (浙江省药品检验所, 杭州 310004)

郑陶源 (温州制药厂, 温州 325000)

摘要 用 HPLC 法同时测定盐酸伪麻黄碱扑尔敏胶囊中两组分的含量。盐酸伪麻黄碱和扑尔敏的平均回收率分别为 99.87% 和 98.93%。

关键词 高效液相色谱法 盐酸伪麻黄碱 扑尔敏

盐酸伪麻黄碱扑尔敏胶囊为新开发的抗感冒药。本文提出以盐酸萘甲唑啉为内标, 用 HPLC 法同时测定该胶囊两主药含量, 结果分离度良好, 具有简单、准确等优点。

1 仪器与试药

岛津 LC-6A 高效液相色谱仪; SPD-6AV 检测仪; SCL-6B 控制器; C-R6A 数据处理器。

内标萘甲唑啉、对照品盐酸伪麻黄碱和扑尔敏均由 A 厂提供, 两者含量分别为 99.8% 和 99.9%。甲醇、乙腈为色谱纯; 十二烷基磺酸钠, 磷酸为分析纯

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Spherisorb C_8H_5 , 5μ 200×4.6 mm

i. d., 流动相: 乙腈—水—甲醇—四氢呋喃 (320:550:80:50) 制成1000 ml 加入1.0 ml 磷酸和4.33 g 十二烷基磺酸钠, 氨水调至 pH 3.5, 流速: 1 ml/min, 低速: 1 mm/min, 检出灵敏度: 0.08; 柱温: 常温; 检出波长: 264 nm; 进样量: 20 μ l

2.2 溶液的配制

对照液: 精密称取经105°C干燥至恒重的 盐酸伪麻黄碱对照品 (I) 600.0mg、扑尔敏对照品 (II) 40.0 mg 分别置于100 ml量瓶中, 用甲醇—水 (6:4) 溶解并定容至刻度、摇匀, 即对照液 (I) 和 (II)

内标液 (III): 精密称取盐酸萘甲唑啉 50.0 mg 置100 ml 量瓶中, 用甲醇—水 (6:4) 溶解并定容至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 线性关系和回归方程

精密吸取对照液 I 和 II 各1.0、3.0、5.0、7.0、10.0 ml 分置25 ml 量瓶中, 再精密加入内标液 (III) 5.0 ml, 用上述溶剂稀释至刻度、摇匀, 连续进样三次, 以组分峰面积 (A_1) 与内标峰面积 (A_2) 的比值的平均值为纵坐标, 以浓度 C 为横坐标, 作回归分析, 得线性回归方程: 盐酸伪麻黄碱 为 A_1/A_2

= 0.3002C + 0.4200 ($r = 0.99981$ $n = 5$); 扑尔敏 为 $A_1/A_2 = 0.0319C + 7.191$ ($r = 0.9999$ $n = 5$), 实验结果表明: 盐酸伪麻黄碱浓度在0.24~2.4mg/ml, 扑尔敏浓度在 0.016~0.16 mg/ml 范围内, 峰面积和浓度呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验

取上述试验中同一份样品重复进样五次, 结果峰面积比值的相对标准偏差: 盐酸伪麻黄碱2.0%, 扑尔敏1.3%。

2.5 回收率试验

供试品溶液 精密称取盐酸伪麻黄碱约 30 mg 置25 ml 量瓶中, 精密加入浓度为 0.40 mg/ml 的扑尔敏对照液5.0 ml (相当于扑尔敏2.0 mg), 按处方比例加入辅料, 精密加入内标液 (III) 5.0 ml, 用上述溶剂 [甲醇—水 (6:4)] 溶解并稀释至 刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液备用。

对照品溶液 除辅料不加外, 其余操作同供试品溶液项下。

将对照品溶液与供试品溶液分别进样三次, 取平均值, 计算, 结果见表 1;

表1 回收率试验

		1	2	3	4	5	6	平均	(CV%)
盐酸伪麻黄碱	加入量(mg)	30.75	31.50	32.40	32.00	32.02	31.89		
	测得量(mg)	30.75	31.383	32.360	31.970	31.960	31.850		
	回收率(%)	100	99.63	99.88	99.91	99.81	99.87	99.87	0.12
扑尔敏	加入量(mg)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0		
	测得量(mg)	1.9902	1.9716	1.9722	1.9772	1.9762	1.9636		
	回收率(%)	99.51	98.59	98.61	98.86	98.81	98.18	8.93	0.33

2.6 样品的测定

取本品细粉适量 (约相当于盐酸伪麻黄碱 60 mg, 扑尔敏 4 mg, 置 50 ml 量瓶中, 按回收率项下操作, 结果如下:

批号	盐酸伪麻黄碱 (相当于标示量%)	扑尔敏 (相当于标示量%)
940418	95.7	100.6
940419	96.8	102.5
940420	99.8	102.5
940605	103.8	105.0

2.7 稳定性试验

将已测的样品溶液放置24 h 后测峰面积比值,



结果表明: 在24 h 内放置时间对测定结果无明显影响。

3 讨论

本法测定盐酸伪麻黄碱、盐酸萘甲唑啉和扑尔

敏的保留时间分别为3.1、4.1、5.2 min,二者间分离度分别为2.1和26., 且操作简便, 适合于该品种的内在质量控制。

收稿日期: 1994-11-10