

HPLC 法测定洛芬伪麻片中的布洛芬和盐酸伪麻黄碱含量

刘海凤 郑一美 (浙江迪耳药业有限公司, 金华 321000)

摘要 以吡嗪酮为内标, 用 HPLC 法测定洛芬伪麻片中的布洛芬和盐酸伪麻黄碱的含量, 固定相, Sphorb C₁₈、粒度 5 μ , 300 $\times$ 4.6 mm 不锈钢柱。流动相: 乙腈: 磷酸二氢钾(0.02 mol/L): 甲醇(250:250:500)混合液, 检测波长为 210 nm。布洛芬的回收率为 99.86 $\pm$ 0.74%, 盐酸伪麻黄碱的回收率为 99.53 $\pm$ 0.66%

关键词 布洛芬 盐酸伪麻黄碱 高效液相色谱

洛芬伪麻片由布洛芬(Ibuprofen) 200 mg 与盐酸伪麻黄碱(Pseudoephedrine Hydrochlor-

ade)30 mg 组成的复方制剂。布洛芬为非甾体类消炎镇痛药(NSAID), 具有消炎、解热、镇痛作用:

盐酸伪麻黄碱直接作用于 α -肾上腺素受体,具有选择性收缩上呼吸道血管的作用,两药配伍,用于感冒、急性鼻炎、急性鼻窦炎等引起的发热、头痛、鼻塞、流涕、咽喉痛、全身酸痛等症状。本文参照文献,以吡嗪酮作为内标,HPLC法同时测定洛芬伪麻片中两组分的含量,方法简便、快捷、结果准确。

1 仪器和试剂

1.1 试药 洛芬伪麻片(自制),布洛芬(中国药品生物制品检定所),盐酸伪麻黄碱(内蒙古赤峰制药厂),吡嗪酮(中国药品生物制品检定所)。

1.2 仪器 美国光谱物理公司SP液相色谱仪,积分仪SP 4270型,紫外检测器SC 100型。

2 实验方法

2.1 色谱条件 色谱柱 Sphorisorb C_{18} 粒度 5μ , 300×4.6 mm 不锈钢柱。

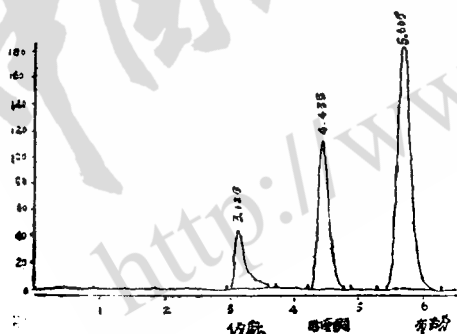
流动相: A液 乙腈:磷酸二氢钾溶液(0.02 mol/L)250:250混合均匀后,用磷酸调节 pH=3.5 ± 0.05 。

B液 甲醇

取A液:B液(500:500)

流速: 1.0 ml/min, 检出波长, 210 nm, 进样量 10 μ l。

2.2 色谱图(见图)



3 方法与结果

3.1 标准曲线制备

对照品A液: 取盐酸伪麻黄碱对照品 120 mg, 精密称定, 置100 ml 容量瓶中, 加甲醇溶解, 并稀释至刻度。

对照品B液: 取布洛芬对照品800 mg, 精密称定, 置100 ml 容量瓶中, 加甲醇溶解, 并稀释至刻

度。

内标C液: 取吡嗪酮对照品 80 mg, 精密称定, 置100ml 容量瓶中, 加甲醇溶解, 并稀释至刻度。

精密量取A、B液各0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 ml, 置25 ml 容量瓶中, 加C液4.0 ml, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 10 μ l, 注入液相色谱仪, 以对照品进样量与内标进样量之比为横坐标, 对照品峰面积与内标峰面积之比为纵坐标, 求回归方程:

盐酸伪麻黄碱 $Y = 0.451x + 0.005$, $r = 0.9996$ 线性范围1.2~25.6 μ g。

布洛芬 $Y = 0.497x + 0.008$ $r = 1.000$ 线性范围2.4~38.4 μ g。

3.3 方法 回收率试验

取盐酸伪麻黄碱约15 mg、布洛芬约 100 mg, 精密称定, 按处方比例加入辅料, 置 50 ml 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 振摇, 使盐酸伪麻黄碱和布洛芬溶解, 滤过, 弃去初滤液, 精密吸取续滤液 10 ml, 置 25 ml 量瓶中, 加入精密吸取内标液 4 ml, 并用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 取 10 μ l 进样, 测定峰面积, 计算回收率。测得结果为:

盐酸伪麻黄碱含量 $\bar{x} = 99.49\%$, $CV\% = 0.59\%$ 。

布洛芬含量 $\bar{x} = 100.01\%$ $CV\% = 0.18\%$ 。

试验结果表明: 本方法回收率稳定, 变异系数 $< 0.6\%$ 。

3.4 样品含量测定方法

取本品20片, 研细, 精密称取适量(约相当于布洛芬100 mg、盐酸伪麻黄碱 15 mg) 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 照回收率测定方法, 三批样品测定结果见下表:

三批样品测定结果

批号	盐酸伪麻黄碱	布洛芬
	$\bar{x}\% \pm s(n=5)$	$\bar{x}\% \pm s(n=5)$
950701	100.32 $\pm$ 0.48	98.31 $\pm$ 0.54
950715	99.89 $\pm$ 0.26	96.78 $\pm$ 0.58
950802	98.70 $\pm$ 0.45	97.18 $\pm$ 0.44

3.5 精密度和稳定性试验

精密吸取相同量的对照品溶液, 连续进样 6 次, 测定峰面积, 计算含量, 测得的结果为 $\bar{x} = 99.8\%$ $CV = 0.29\%$

取配制好的样品,每隔2 h进样1次,结果在10小时内结果稳定。(CV = 0.45%)

参 考 文 献

- 1 程大敦. 右旋伪麻黄碱应充分利用. 药学通报, 1986, 21(6): 365
- 2 梁卯生, 栾兆钧. 右旋麻黄碱的国外市场动态和发展制剂品种的建议. 化学医药工业信息, 1990, 3: 5 ~ 6

- 3 Ephedrine Market Boosted By Introduction of CoAdvil' 《Chemical Marketing Reporter (CMR)》1989, Sept 25: 26
- 4 李世彩, 刘泳, HPLC法测定复方布洛芬片的含量. 山南医药工业, 1992, 11(4): 6
- 5 梁宏晞、于古瑕、杨清华等. HPLC法测定九分散中麻黄碱、伪麻黄碱和士的宁的含量. 1990, 25(11): 849~853

收稿日期: 1997—01—21