

高效液相色谱法测定酚麻美敏片的含量

姜 红 彭 军 高英杰¹ (天津 300052 天津医科大学总医院;¹ 天津医科大学药学院 98 届毕业生)

摘要 目的:建立测定酚麻美敏片含量的方法。方法:高效液相色谱法。固定相为 ODS - C₁₈ 柱,4.6mm × 250mm, 5 μ m;流动相为甲醇 - 0.05mol/L 磷酸二氢钾 - 三乙胺(20:80:0.02,用磷酸调至 pH5.5);检测波长为 215nm 结果:4 种成分的方法回收率均在 98%~101%, $n=3$ 。结论:该方法简便准确,结果满意。

关键词 酚麻美敏片;高效液相色谱法

Assay acetaminophen compound caplets tablets by HPLC

Jiang Hong(Jiang H),Peng Jun(Peng J),Gao Yingjie(Gao YJ) (General Hospital of Tianjin Medical University ,
Tianjing 300052)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** The HPLC method was established to assay acetaminophen compound caplets tablets .
METHOD: The HPLC method was developed had the following conditions :column ,ODS - C₁₈(4.6mm × 250mm ,5 μ m) ;the mobile phase ,methanol :0.05mol/L ,potassium dihydrogen phosphate :triethylamine (20: 80: 0.02 ,pH 5.5 adjusted with phosphoric acid) ;the wavelength of the detector was set at 215nm .**RESULTS:** The recovery of the four contents was 98 % ~ 101 % ($n=3$) .**CONCLUSION:** The method was simple and accurate with satisfactory results .

KEY WORDS acetaminophen compound caplets tablets ,HPLC

酚麻美敏片商品名为泰诺,TYLENOL,它具有解热镇痛、消除鼻部充血、镇咳和抗过敏的作用。其配方为对乙酰氨基酚 0.325g、盐酸伪麻黄碱 0.03g、氢溴酸右美沙芬 0.015g 和马来酸氯苯那敏 0.002g。该复方制剂中的 4 种成分分别与其它药物配伍制剂的 HPLC 测定法已有多篇报道,但用 HPLC 法同时测定本品中四组分还未见报道。本文采用 HPLC 法对酚麻美敏片进行含量测定,方法简便,结果满意。

1 仪 器

美国 BECKMAN 通用 II 型高效液相色谱仪(110B 泵,406 接口,UV - 166 检测器,AST - 486 微机系统,黄金系统软件 6.0 版)。

2 试剂与样品

甲醇为色谱醇,磷酸二氢钾、三乙胺、磷酸为分析纯,对乙酰氨基酚、盐酸伪麻黄碱对照品为天津胜利制药厂提供,氢溴酸右美沙芬、马来酸氯苯那敏对照品为天津中美史克制药公司提供,酚麻美敏片为上海强生制药有限公司提供(批号:7K132.8A002.8B043)。

3 方法与结果

3.1 色谱条件:色谱柱:BECKMAN 公司(ODS - C₁₈柱, 4.6mm × 250mm, 5μm);流动相为甲醇 0.05mol/L 磷酸二氢钾 - 三乙胺(20:80:0.02,用磷酸调至 pH5.5);流速:1.0ml/min;检测波长:215nm;灵敏度:0.025 AUFS;进样量 20μl,色谱图见图 1。

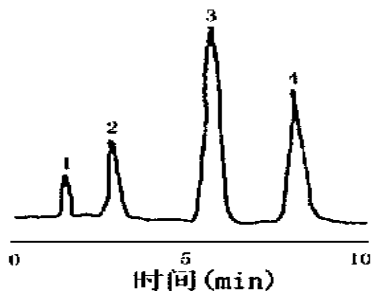


图 1 酚麻美敏片色谱图

1 - 氢溴酸右美沙芬;2 - 马来酸氯苯那敏;3 - 对乙酰氨基酚;4 - 盐酸伪麻黄碱

3.2 线性试验:分别精密称取对乙酰氨基酚 1.625g、盐酸伪麻黄碱 0.15g、氢溴酸右美沙芬 0.075g、马来酸氯苯那敏 0.010g,分别置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。分别精密量取浓溶液 1.0、3.0、5.0、7.0 和 9.0ml,置 50ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。进样 20μl。以峰面积为纵坐标,相应浓度为横坐标进行线性回归。结果表明四组分峰面积与浓度呈良好的线性关系,见表 1。

表 1 峰面积与浓度的线性关系

组分名称	回归方程	r	浓度范围 (μg/ml)
对乙酰氨基酚	A = 0.3922C + 77.9706	0.9990	325 ~ 2925
盐酸伪麻黄碱	A = 0.8052C - 25.1737	0.9997	30 ~ 270
氢溴酸右美沙芬	A = 0.0278C - 0.0521	0.9995	15 ~ 135
马来酸氯苯那敏	A = 0.5558C - 0.0756	0.9999	2 ~ 18

3.3 回收率试验:精密称取对乙酰氨基酚 1.625g,盐酸伪麻黄碱 0.15g,氢溴酸右美沙芬 0.075g,马来酸氯苯那敏 0.010g,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 5.0ml,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,为对照品溶液。

按处方比例精密称取同对照品量的对乙酰氨基酚、盐酸伪麻黄碱、氢溴酸右美沙芬、马来酸氯苯那敏及相应辅料,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。取续滤液 3.0、5.0 和 7.0ml,分别置于 50ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。分别得回收试验用溶液 A、B、C。

取回收试验用溶液 A、B、C 和对照品溶液,各进样

20μl,测定峰面积,用外标法计算回收率,结果见表 2。

表 2 回收率测定结果(%, n = 3)

组分名称	溶液 A		溶液 B		溶液 C		平均回收率
	回收率	RSD	回收率	RSD	回收率	RSD	
对乙酰氨基酚	99.42	1.15	100.66	1.04	101.51	0.97	100.53
盐酸伪麻黄碱	99.81	0.67	100.24	0.73	98.81	1.03	99.62
氢溴酸右美沙芬	98.56	1.28	100.02	1.24	97.60	1.05	98.73
马来酸氯苯那敏	101.09	1.11	99.65	1.05	101.73	0.85	100.82

3.4 样品测定:取酚麻美敏片 10 片,精密称定,研细。精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 1.625g),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。取续滤液 5.0ml,置 50ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。取样品液和对照品溶液,各进样 20μl,读取峰面积值,用外标法计算标示量的百分含量(%),结果见表 3。

4 讨论

表 3 样品测定结果(%, n = 3)

组分名称	7K132		8A002		8B043	
	含量	RSD	含量	RSD	含量	RSD
对乙酰氨基酚	99.04	0.78	99.80	0.69	100.78	1.05
盐酸伪麻黄碱	98.85	0.82	99.63	0.73	99.93	0.65
氢溴酸右美沙芬	96.99	1.25	98.16	1.14	97.70	1.07
马来酸氯苯那敏	99.60	0.97	98.64	0.84	99.50	0.78

4.1 酚麻美敏片是目前临床上广泛应用的感冒新药,其中对乙酰氨基酚通过提高疼痛阈值来减轻疼痛,它作用于下丘脑体温调节中枢以达到退热的作用。其解热镇痛效果与阿斯匹林相当,但不产生阿斯匹林可能引起的副作用。盐酸伪麻黄碱为减充血剂,可消除鼻部充血。氢溴酸右美沙芬为镇咳药,可减轻普通感冒引起的咳嗽症状。马来酸氯苯那敏为组胺拮抗剂,可缓解流涕、打喷嚏、流泪和喉部发痒等过敏症状。

4.2 因本制剂中四组分含量相差较大,虽马来酸氯苯那敏比氢溴酸右美沙芬含量小,但响应值比其大,故选择氢溴酸右美沙芬紫外吸收灵敏的 215nm 为测定波长。

4.3 流动相主要由磷酸盐和甲醇组成,加入少量三乙胺使氢溴酸右美沙芬和马来酸氯苯那敏出现的锯齿峰消失。流动相的 pH 值对样品的出峰时间、形状及分离度有较大影响。我们曾考察流动相 pH 为 3.5 ~ 6.0 对色谱峰的影响,结果证明:pH 偏低,盐酸伪麻黄碱出现馒头峰,且与对乙酰氨基酚之间的分离度不好。经多次试验,最后选定流动相为甲醇 - 0.05mol/L 磷酸二氢钾 - 三乙胺(20:80:0.02, pH5.5),得到满意的结果。

4.4 本课题选用流动相极性较大,故极性大的组分先出峰,四组分的保留时间依次为氢溴酸右美沙芬 2.15 min,马来酸氯苯那敏 2.63 min,对乙酰氨基酚 5.67 min,盐酸伪麻黄碱 7.45 min。

4.5 按中国药典规定的分离度计算公式计算,氢溴酸右

美沙芬和马来酸氯苯那敏的分离度为 2.66,马来酸氯苯那敏和对乙酰氨基酚的分离度为 11.36,对乙酰氨基酚和盐酸伪麻黄碱的分离度为 3.07,所有分离度均大于 1.5,分离效果良好。

收稿日期:1998 - 04 - 08