

# 咖酚伪麻片中盐酸伪麻黄碱的含量

刘春光<sup>①</sup>

(内蒙古通辽制药股份有限公司 内蒙古通辽市中心大街 196 号 028007)

**摘要** 建立高效液相色谱法测定咖酚伪麻片中盐酸伪麻黄碱含量的方法。色谱柱为 C18(150mm×4.6mm×5 $\mu$ m), 流动相为 0.05mol/L 磷酸二氢钠-甲醇(75:25), 流速为 1mL/min, 检测波长为 210nm。盐酸伪麻黄碱在 0.2155—1.0776 $\mu$ g/g 范围内线性良好,  $r=0.9999$ ; 盐酸伪麻黄碱的平均收率为 100.92%, RSD 值为 0.41% ( $n=5$ )。此法操作简单, 准确性好, 可用于咖酚伪麻片中盐酸伪麻黄碱的含量测定。

**关键词** 咖酚伪麻片; 盐酸伪麻黄碱; 高效液相色谱法

**中图分类号:** O657.7<sup>+</sup>2

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1004-8138(2011)04-2004-04

## 1 引言

咖酚伪麻片是由对乙酰氨基酚, 盐酸伪麻黄碱, 咖啡因等制成的复方制剂, 具有解热镇痛的功效, 用于普通感冒或流行性感冒引起的发热, 头痛, 四肢酸痛, 鼻塞, 流鼻涕, 打喷嚏, 咽痛等症状。现行标准中<sup>[1]</sup>, 供试品制备使用的提取溶媒不能完全溶出所含盐酸伪麻黄碱, 使得测定结果偏低。本文建立高效液相色谱法测定咖酚伪麻片中盐酸伪麻黄碱含量<sup>[2,3]</sup>, 替换提取溶媒对盐酸伪麻黄碱进行含量测定。可更加精确的测定其含量, 为药品质量标准的修订提供了科学依据。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂

LC-20A 高效液相色谱仪(日本岛津公司); SPD-20A 紫外检测器(日本岛津公司); Lcsolution 色谱工作站(日本岛津公司); ESJ 182D 电子天平(十万分之一, 长沙湘平仪器公司)。

咖酚伪麻片(内蒙古通辽制药股份有限公司, 批号 080601, 080602, 080603), 盐酸伪麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 171237-200507); 甲醇为色谱纯; 其他试剂为分析纯。实验用水为超纯水。

### 2.2 色谱条件

色谱柱: C18 柱(150mm×4.6mm×5 $\mu$ m); 流动相: 0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液-甲醇(75:25); 流速: 1mL/min; 检测波长: 210nm; 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 进样量为 20 $\mu$ L。

① 联系人, 手机: (0) 15848516217; E-mail: leg223@163.com

作者简介: 刘春光(1981—), 男(蒙古族), 内蒙古通辽市人, 主要从事药品质量及新产品开发工作。

收稿日期: 2011-02-18; 接受日期: 2011-03-16

## 2.3 溶液的制备

### 2.3.1 盐酸溶液

量取盐酸(浓度 36%—38%) 234mL, 稀释至 1000mL, 含量为 9.5%—10.5%。

### 2.3.2 稀盐酸溶液

取盐酸溶液 24mL 加水至 1000mL。

### 2.3.3 对照品溶液

准确称取盐酸伪麻黄碱 26.94mg, 加稀盐酸溶液适量溶解后转移至 100mL 容量瓶中, 并用稀盐酸稀释至刻度。

### 2.3.4 供试品溶液

准确称取本品细粉约 0.6g, 加稀盐酸溶液适量振摇溶解后转移至 100mL 容量瓶中, 并用稀盐酸稀释至刻度, 过滤, 弃去初滤液, 准确量取续滤液 5.0mL, 置于 50mL 容量瓶中, 用稀盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得。

### 2.3.5 阴性对照品溶液

取按处方比例制成的除去盐酸伪麻黄碱的空白片, 照 2.3.4 节供试品溶液的制备方法制备, 即得。

## 2.4 实验方法<sup>[4]</sup>

### 2.4.1 专属性实验

吸取对照品溶液, 供试品溶液, 阴性对照品溶液各 20 $\mu$ L, 注入色谱仪。同法测定, 结果在盐酸伪麻黄碱相应位置上, 空白实验无干扰。

## 3 结果与讨论

### 3.1 线性关系考察

准确量取对照品贮备液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0mL 分别置于 25mL 容量瓶中, 用稀盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 取上述溶液各 20 $\mu$ L 分别注入液相色谱仪中, 进行测定, 横坐标为峰面积, 纵坐标为对照品溶液的浓度, 回归方程为  $A = 2.77045 \times 10^6 C - 1.76185 \times 10^4$ ,  $r = 0.9999$ , 结果表明盐酸伪麻黄碱在 0.2155—1.0776 $\mu$ g/g 范围内线性关系良好。

### 3.2 重复性试验

取同一对照品溶液, 按上述色谱条件连续进样 6 次, 每次进样 20 $\mu$ L, RSD 值为 0.24%, 按本法测定盐酸伪麻黄碱重复性良好。

### 3.3 稳定性试验

取同一供试品溶液, 按上述色谱条件分别于 0、2、5、7、10h 进样测定峰面积值, RSD 值为 0.49%, 结果表明供试品溶液于 10h 内稳定。

### 3.4 加样回收实验

取供试品细粉(批号 080602, 含盐酸伪麻黄碱 3.170%), 准确称取 9 份供试品细粉(分别相当于 0.25 片, 0.30 片, 0.35 片各 3 份), 分别加入 5.388mg 盐酸伪麻黄碱, 按照 2.3.4 项下方法处理并测定盐酸伪麻黄碱含量, 回收率为 100.92%, RSD 为 0.41%, 说明本方法准确度, 精密度均良好, 符合方法学验证试验准确度, 精密度的要求, 如表 1。

### 3.5 样品含量的测定

取 3 批咖啡伪麻片样品分别按修订的标准草案和原质量标准含量测定项下的方法测定含量, 3 批样品(每批样取 2 个平行样, 平均片重分别为 080601, 0.6172g; 080602, 0.6187g; 080603, 0.6155g)的测定结果见表 2、表 3。说明数据准确, 符合实验要求。

表 1 加样回收实验结果

供试品 编号	称样量 (g)	供试品中 S 量(mg)	S 对照品加 入量(mg)	S 测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
供试品 1	0.1554	4.926	5.388	10.360	100.85		
供试品 2	0.1558	4.939	5.388	10.408	101.50		
供试品 3	0.1556	4.932	5.388	10.334	100.26		
供试品 4	0.1869	5.925	5.388	11.352	100.72		
供试品 5	0.1860	5.896	5.388	11.335	100.95	100.92	0.41
供试品 6	0.1858	5.890	5.388	11.304	100.48		
供试品 7	0.2168	6.873	5.388	12.316	101.02		
供试品 8	0.2154	6.828	5.388	12.267	100.95		
供试品 9	0.2161	6.850	5.388	12.320	101.52		

注: S——盐酸伪麻黄碱。

表 2 按新方法样品含量测定结果

( $n=2$ )

批号	取样量(g)	含量(%)	平均(%)	RSD(%)
080601	0.6187	98.23	98.14	0.14
	0.6106	98.04		
080602	0.6181	99.66	99.45	0.30
	0.6190	99.24		
080603	0.6185	98.15	97.98	0.25
	0.6190	97.80		

表 3 按原方法样品含量测定结果

( $n=2$ )

批号	取样量(g)	含量(%)	平均(%)	RSD(%)
080601	0.6176	89.86	89.68	0.28
	0.6149	89.50		
080602	0.6140	92.30	91.93	0.57
	0.6163	91.56		
080603	0.6197	97.80	90.56	0.37
	0.6205	90.33		

### 3.6 讨论

按新方法和原方法对 3 批样品中所含盐酸伪麻黄碱进行含量测定, 按新方法盐酸伪麻黄碱测得含量显著高于原方法(3 批样品平均值高约 8.0%), 结合前述方法学考察结果, 说明新方法要明显优于原方法。分析其原因可能是盐酸伪麻黄碱为生物碱盐, 在原标准中其溶媒未能使盐酸伪麻黄碱完全溶出, 致使测定结果偏低, 新方法用稀盐酸溶液作为溶媒促进了盐酸伪麻黄碱溶出, 使测定结果与实际含量相符合。

## 4 结论

本实验拟定的含量测定方法明显优于原标准含量测定方法, 得到了较理想的准确度和精密度, 解决了按原质量标准(国家药品标准)存在的不足, 不仅满足了专属, 准确, 精密, 线性的实验要求, 又弥补了原质量标准对盐酸伪麻黄碱含量结果偏低的缺陷, 可以作为该药品的质量控制方法, 以利于更好的控制本产品质量, 使该产品达到更加安全、有效、稳定、可控的目的。

## 参考文献

- [1] 食品药品监督管理局发布. 国家药品标准[S]. WS1-(X-344)-2004Z. 北京: 中国标准出版社, 2004.
- [2] Scott R P W. 现代液相色谱[M]. 李玲颖, 张书茂, 孙元明等译. 天津: 南开大学出版社, 1992. 70—71.
- [3] 王俊德. 高效液相色谱法[M]. 北京: 中国石化工业出版社, 1992. 28—29.
- [4] 国家药典委员会编. 中国药典(二部)方法学验证[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005. 药典附录 90—91.

# Determination of Pseudoephedrine Hydrochloride in Paracetamol, Pseudoephedrine Hydrochloride and Caffeine Tablets

LIU Chun-Guang

(Inner Mongolia Tongliao Pharmaceutical Co., LTD, Tongliao, Inner Mongolia 028007, P. R. China)

**Abstract** The method for the determination of the content of the pseudoephedrine hydrochloride in the paracetamol, pseudoephedrine hydrochloride and caffeine tablets was established by high performance liquid chromatography (HPLC). The chromatograph column was C18 (150mm×4.6mm×5 $\mu$ m), and the mobile phase was 0.05mol/L sodium dihydrogen phosphate-methanol (75:25) with flow rate of 1mL/min at detection wavelength of 210nm. There was a good linearity for pseudoephedrine hydrochloride in the range of 0.2155—1.0776 $\mu$ g/g with  $r=0.9999$ . The average recovery was 100.92% with RSD of 0.41% ( $n=5$ ). The method is simple, and has good accuracy, and can be applied to determination of pseudoephedrine hydrochloride in the paracetamol, pseudoephedrine hydrochloride and caffeine tablets.

**Key words** Paracetamol; Pseudoephedrine Hydrochloride and Caffeine Tablets; Pseudoephedrine Hydrochloride; HPLC

## 关于赠送作者样刊、发放稿酬和购买书刊的通知

各有关作者:

本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊),均按篇赠送2本,用挂号印刷品邮件,按稿件中标明的作者联系人姓名和地址邮出。样刊是赠品,一次性的,遗失不再补赠。若遗失或作者还有需要,请在出版之日起2个月之内汇款购买(2011年,60元/本,免收邮寄费),逾期不再办理。欲购买者,请通过电子邮件(发到gpsys@periodicals.net.cn)与本编辑部联系。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定,若作者急需,最迟请在接到《发表通知》的电子邮件后,3日内预交特快专递费(30元/件),过时不候。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人,在发表之日后约20日左右汇出。请各位联系人接到邮局通知后,务必及时到邮局领取。若2个月未领[或作者联系人地址不确(如挂名的、摆设的)、姓名有误],被邮局退回,本刊不再补发。

由于联系人是作者签署的《论文著作权转让书》确认的,因而变更联系人必须另签“变更《论文著作权转让书》的承诺书”。

光谱实验室编辑部