

HPLC 测定立感舒胶囊中盐酸伪麻黄碱、氢溴酸右美沙芬和布洛芬的含量

武 谷 周家骅(合肥 230061 安徽省药品检验所)

摘要 采用高效液相色谱法同时测定立感舒胶囊中盐酸伪麻黄碱、氢溴酸右美沙芬和布洛芬,在 μ -Bondapak C₁₈ 柱上,以甲醇-乙腈-0.04mol/L 磷酸二氢钾溶液(pH3.8)(20:40:40)为流动相,检测波长 264nm。该法快速、方便,3种成分的分度好,回收率高。

关键词 高效液相色谱法;胶囊;盐酸伪麻黄碱;氢溴酸右美沙芬;布洛芬

立感舒胶囊为一种新研制的用于因感冒引起头痛、发热、咳嗽、鼻塞等症状的复方制剂,其主要成分为布洛芬、盐酸伪麻黄碱和氢溴酸右美沙芬。对复方多组分制剂的分析,尤以高效液相色谱法为首选方法^[1,2]。有文献报道过用高效液相色谱法测定盐酸伪麻黄碱和美沙芬^[3]及盐酸伪麻黄碱和布洛芬的含

量^[4],但未见同时测定三种成分的文献。本文采用 ODS 柱,以甲醇-乙腈-0.04mol/L 磷酸二氢钾(pH3.8)(20:40:40)为流动相,能同时分离和测定其中的布洛芬、盐酸伪麻黄碱和氢溴酸右美沙芬三组分的含量,方法简便、迅速、结果准确。

1 仪器与试剂

中国现代应用药学杂志 1999 年第 16 卷第 7 期

高效液相色谱仪: Waters 510 泵, Waters 490E 可变波长紫外检测器, 岛津 C-R4A 数据处理器。

布洛芬、盐酸伪麻黄碱对照品系中国药品生物制品检定所化学对照品, 氢溴酸右美沙芬对照品由安徽省医学研究所提供, 含量 99.5%。甲醇、乙腈为 HPLC 级, 水为二次亚沸重蒸水。其余试剂为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: μ -Bondapak C₁₈ 柱 (10 μ m, 3.9mm \times 300nm); 流动相: 甲醇-乙腈-0.04mol/L 磷酸二氢钾 (pH3.8) (20:40:40), 检测波长: 264nm, 记录纸速: 1.5

表 1 线性关系与范围

成份	回归方程		线性范围(mg/ml)
布洛芬	$c = 0.08079 + 8.340 \times 10^{-7}A$	$r = 0.9999$	3.275 ~ 16.376
盐酸伪麻黄碱	$c = 0.03131 + 2.029 \times 10^{-6}A$	$r = 0.9999$	0.384 ~ 1.918
氢溴酸右美沙芬	$c = 5.550 \times 10^{-3} + 4.578 \times 10^{-7}A$	$r = 0.9999$	0.172 ~ 0.86

3.2 干扰因素: 本品除三组分外, 不添加任何辅料, 故无辅料干扰问题。

3.3 回收率: 按处方配比制备模拟样品, 称取适量, 按本文色谱条件测定, 将实际测定值与投入量比较, 计算回收率, 结果见表 2。

表 2 回收率及精密度 ($n=6$)

成分	回收率(%)	精密度(RSD, %)
布洛芬	99.3	0.23
盐酸伪麻黄碱	99.8	0.60
氢溴酸右美沙芬	99.7	0.15

4 样品测定

取本品 20 粒内容物, 研细, 精密称取 1 粒量置于 25ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 吸取 20 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 按外标法以峰面积计算含量。5 批样品测定结果见表 3, 样品色谱图见图 1。

表 3 5 批样品含量测定结果 (%)

批号	布洛芬	盐酸伪麻黄碱	氢溴酸右美沙芬
970315	97.1	101.7	100.6
970318	97.6	98.5	101.6
970320	98.3	99.3	98.7
970321	101.2	100.8	99.5
970324	99.4	99.6	100.2

5 讨论

5.1 波长的选择: 立感舒胶囊中有 3 种成份, 其中盐酸伪麻黄碱和氢溴酸右美沙芬的含量较低, 而布洛芬的含量高, 为兼顾三组分的吸收值, 选择 264nm 为检测波长。

5.2 流动相 pH 值的影响: 我们考察了不同 pH 值的流动相对三种成分的色谱行为的影响, 试验表明, 不同 pH

mm/min, 进样量: 20 μ l, 流速: 1.0ml/min, 柱温为室温。

3 方法考察

3.1 线性关系: 取布洛芬、盐酸伪麻黄碱和氢溴酸右美沙芬对照品适量, 精密称定, 用流动相制成分别为 16, 1.8 和 0.8mg/ml 的混合贮备液。精密量取混合贮备液 5, 10, 15, 20 和 25ml 至 25ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 各精密吸取 20 μ l 注入液相色谱仪, 测定, 以浓度(c)对峰面积(A)求得回归方程和相关系数见表 1。

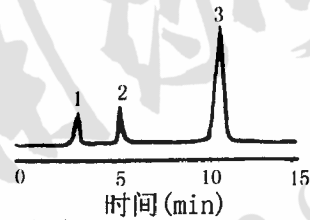


图 1 样品色谱图

1- 盐酸伪麻黄碱; 2- 氢溴酸右美沙芬; 3- 布洛芬

值对三种成分的色谱行为均有一定的影响, 尤其是对氢溴酸右美沙芬的影响最明显。降低 pH 值, 可改善三种成分的分离度和峰形, 从色谱柱对酸性的耐受性和柱效等多种因素的综合考虑, 选择磷酸二氢钾溶液的 pH 值为 3.8 较为理想。

5.3 色谱柱的影响: 为了考察本文色谱体系的适用性, 选用了不同牌号的 C₁₈ 柱进行试验, 结果表明, 采用本色谱系统在不同牌号的 C₁₈ 柱上同时测定三组分, 均有很好的分离度, 均能正常检测。

三种成分在流动相中有很好的溶解性, 故选用流动相作为溶剂, 同时也消除了溶剂峰对色谱的影响。

实验结果表明, 本法重现性、回收率好, 方法简便可行。

参考文献

- 1 中国药典. 二部. 1995: 附录 25.
- 2 马剑文, 主编. 现代药品检验学. 北京: 人民军医出版社, 1994: 413.
- 3 郭平, 项进. HPLC 测定康咳复方片中盐酸伪麻黄碱和美沙芬的含量. 中国药科大学学报, 1994, 25(5): 276.
- 4 杜迎翔, 陈玉英. 复方布洛芬片的高效液相色谱分析. 中国药科大学学报, 1994, 25(5): 280.