

# 高效液相色谱法测定复方氨酚葡锌片中对乙酰氨基酚的含量

刘 萌, 李志梅(温州市药品检验所, 浙江 温州 325028)

**摘要** 目的: 建立高效液相色谱法测定复方氨酚葡锌片中对乙酰氨基酚的含量。方法: 采用 Alltech-C<sub>18</sub>柱, 甲醇-水 (20:80) 为流动相, 检测波长为 246nm。结果: 对乙酰氨基酚在 4~60μg/mL 范围呈线性,  $A = -13496.9609 + 78302.6211C$  ( $r = 0.9999$ ); 平均回收率为 99.83%,  $RSD$  为 0.93% ( $n = 6$ )。结论: 高效液相色谱法测定复方氨酚葡锌片中对乙酰氨基酚的含量, 方法准确、灵敏。

**关键词** 高效液相色谱法; 对乙酰氨基酚; 复方氨酚葡锌片; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2004)03-0167-02

## Determination of acetaminophen in compound paracetamol and zinc gluconate tablets by HPLC

LIU Meng, LI Zhimei (Wenzhou Institute of Drug Control, Wenzhou 325028, China)

**ABSTRACT Objective:** To establish a HPLC method for determination of acetaminophen in compound paracetamol and zinc gluconate tablets. **Methods:** Alltech-C<sub>18</sub> (4.6 × 250mm, 5μm) column was used and the mobile phase consisted of methanol and water (20:80). It was detected at 246 nm. **Results:** Linearity was obtained in the concentration range of 4~60μg/mL,  $A = -13496.9609 + 78302.6211C$  ( $r = 0.9999$ ). The average recovery was 99.83%,  $RSD = 0.93%$  ( $n = 6$ ). **Conclusion:** The method provide an accurate and sensitive way for the determination of acetaminophen in compound paracetamol and zinc gluconate tablets by HPLC.

**KEY WORDS** HPLC; acetaminophen; compound paracetamol and zinc gluconate tablets; determination

复方氨酚葡锌片是对乙酰氨基酚、葡萄糖酸锌、盐酸二氧丙嗪和板蓝根浸膏粉组成的复方制剂。卫生部药品标准采用双波长分光光度法测定对乙酰氨基酚的含量<sup>[1]</sup>。本法参考有关资料<sup>[2]</sup>, 建立了 HPLC 法测定复方氨酚葡锌片中对乙酰氨基酚的含量, 并与卫生部药品标准采用的双波长分光光度法所测定的结果进行了比较。本法快速、专属性强, 精密度高。

### 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** Waters 高效液相色谱仪, 515 泵, 2487 紫外检测器, 717 自动进样系统, 柱温箱, TU-1901 型紫外-可见分光光度仪, 上海 SP2200 超声仪。

**1.2 试剂** 甲醇为色谱纯, 其他试剂为分析纯。样品: 复方氨酚葡锌片市售。对乙酰氨基酚对照品来源于中国药品生物制品检定所(编号: 0018-9206)。

### 2 方法与结果

#### 2.1 高效液相色谱法

**2.1.1 色谱条件** 色谱柱为 Alltech-C<sub>18</sub> (4.6 ×

250mm, 5μm); 流动相为甲醇-水 (20:80), 流速为 1.0mL/min; 检测波长为 246nm; 柱温 25℃; 进样量为 20μL。在此条件下, 对乙酰氨基酚能与其他成分较好地分离。色谱图见图 1。

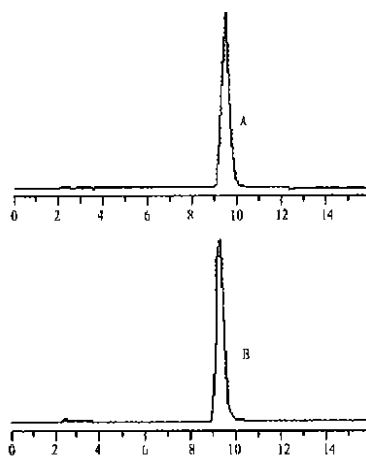


图 1 对乙酰氨基酚高效液相色谱图  
A-对照品; B-样品

**2.1.2 线性关系** 精密称取 105℃干燥至恒重的对乙酰氨基酚对照品 20mg, 置 100mL 量瓶中加流动相 70mL, 超声 20min, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为贮备液。精密吸取 1.0、2.0、3.0、5.

作者简介: 刘萌(1977), 女, 学士. Tel: (0577) 88516057.

0、10.0、15.0mL 分别置 50mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀;依次进样 20 $\mu$ L,按上述色谱条件,测定峰面积。以峰面积(A)与对乙酰氨基酚浓度(C)进行直线回归,得回归方程为  $A = -13\,496.9609 + 78\,302.6211C$ ,  $r = 0.9999$ ,对乙酰氨基酚在 4~60 $\mu$ g/mL 浓度范围内呈良好线性关系。

**2.1.3 精密度试验** 精密吸取对乙酰氨基酚对照品贮备液 5.00mL,置 50mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,进样量 20 $\mu$ L,重复进样。按上述色谱条件与方法分别计算峰面积,  $RSD = 0.64\%$  ( $n = 9$ )。

**2.1.4 稳定性试验** 按样品测定条件下,对同一样品溶液分别在 1、2、5、10、15、24h 进行含量测定,对乙酰氨基酚峰面积  $RSD = 1.87\%$  ( $n = 6$ )。证明样品溶液在 24h 内稳定。

**2.1.5 加样回收试验** 精密称取已知含量的复方氨酚葡锌片适量(约相当于含对乙酰氨基酚 10mg),分别精密加入对乙酰氨基酚对照品 10mg,按样品测定项下的条件和方法进行试验测定,计算平均回收率为 99.83%,  $RSD = 0.93\%$  ( $n = 6$ )。

**2.1.6 样品测定** 取 20 片除去薄膜衣,研细,精密称取(相当于对乙酰氨基酚 20mg)适量,置 100mL 量瓶中,加流动相 70mL,超声 20min,溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤,弃去初滤液。精密取续滤液 5.00mL,置 50mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。进样 20 $\mu$ L,按上述色谱条件测定并计算。

**2.2 双波长分光光度法<sup>[1]</sup>** 取 20 片,除去薄膜衣,研细,精密称取适量(相当于对乙酰氨基酚 40mg),置 250mL 量瓶中,加 0.01mol/L 的氢氧化钠溶液 200mL,超声 20min,用上述溶液稀释至刻度,摇匀,过滤,弃去初滤液,精密取续滤液 5.00mL,置 100mL 量瓶中,用 0.01mol/L 的氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。另精密称取 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的对乙酰氨基酚对照品 40mg,同法操作,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液在 267nm 和 271nm 的波长处测定吸收度 A,按  $A_{267nm}$  与  $A_{271nm}$  的差值( $\Delta A$ )计算。

**2.3 结果** 4 批复方氨酚葡锌片样品分别按上述两种方法进行测定,结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ( $n = 5$ )

| 批号       | HPLC 法 |        | 双波长分光光度法 |        |
|----------|--------|--------|----------|--------|
|          | 标示量(%) | RSD(%) | 标示量(%)   | RSD(%) |
| 0209125  | 95.07  | 0.57   | 97.23    | 1.42   |
| 0209143  | 96.46  | 0.45   | 98.10    | 1.33   |
| 0302116  | 99.64  | 0.36   | 101.68   | 1.76   |
| 0304164  | 97.68  | 0.34   | 99.47    | 1.55   |
| 03100139 | 94.50  | 0.21   | 97.74    | 1.47   |

### 3 讨论

**3.1** 取对乙酰氨基酚溶解于流动相后于 200~400nm 波长范围扫描,结果在 246nm 的波长处有最大吸收,故选择此波长作为测定波长。对乙酰氨基酚易溶于热水和醇,故本试验以流动相为溶剂通过超声同样达到溶解的目的,超声时间 15min 以上时对乙酰氨基酚已全部溶解。上述色谱条件,对乙酰氨基酚与杂质峰的分离度大于 1.5,理论板数以对乙酰氨基酚峰计算大于 2 000。

**3.2** 双波长分光光度法所测得供试品溶液和对照品溶液在 267nm 和 271nm 的波长处测定吸收度 A 接近,  $A_{267nm}$  与  $A_{271nm}$  的差值( $\Delta A$ ) 小于 0.1,所以此法的  $RSD$  相对较大。HPLC 法测得结果与双波长分光光度法采用 t 检验进行比较,  $P < 0.01$ ,有显著差异。由于双波长分光光度法未能完全排除其他成分的干扰,加样回收率为 101.37%,  $RSD = 1.39\%$  ( $n = 6$ )。

**3.3** 本法测定复方氨酚葡锌片中对乙酰氨基酚的含量能消除其他成分的干扰,专属性强,重现性好,精密度高,可以代替原有的双波长分光光度法用于复方氨酚葡锌片的质量控制。

### 参考文献:

- [1] WSF(X-150)97Z, 中华人民共和国卫生部药品标准[S].
- [2] 简淑娟. 对乙酰氨基酚及其复方制剂中含量测定方法研究概况[J]. 中国药师, 2002, 5(5): 298.

收稿日期: 2004-02-24

## HPLC 法测定抗病毒口服液中连翘苷含量

桑旭峰(宁波市药品检验所,浙江 宁波 315040)

**摘要** 目的:建立 HPLC 法测定抗病毒口服液中连翘苷含量的方法。方法:采用 LUNA C<sub>18</sub>(2) 色谱柱,乙腈-水(25:75)为流动相,流速 0.9mL/min,检测波长为 277nm,外标法定量。结果:连翘苷线性范围为 0.46~2.3 $\mu$ g,平均回收率为 100.06%,  $RSD$  为 1.0%。结论:该方法简便、可靠、准确,可用于该制剂的质量控制。

**关键词** 抗病毒口服液;连翘苷;HPLC