

HPLC 法测定对乙酰氨基酚片的含量

吴 玮

(安徽省宿州市食品药品检验检测中心,安徽 宿州 234000)

摘要:目的 建立 HPLC 法测定对乙酰氨基酚片的含量。方法 色谱柱为 Agilent Eclipse XDB-C18 柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm);流动相为甲醇-水(20:80),流速为 1.0 ml/min,检测波长为 244 nm,柱温 30℃。结果 对乙酰氨基酚浓度在 10.16~30.48 μg/ml 范围内线性关系良好, $r=0.9998$ ($n=5$);平均加样回收率为 100.04%, $RSD=0.95\%$ ($n=6$)。结论 HPLC 法操作简便、结果准确、重复性好、专属性强,适用于测定对乙酰氨基酚片中对乙酰氨基酚的含量。

关键词:HPLC;对乙酰氨基酚;含量测定

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.1006-1959.2018.18.040

文章编号:1006-1959(2018)18-0127-03

Determination of Acetaminophen Tablets by HPLC

WU Wei

(Anhui Food and Drug Inspection and Testing Center,Suzhou 234000,Anhui,China)

Abstract:Objective To establish a HPLC method for the determination of acetaminophen tablets.Methods The column was an Agilent Eclipse XDB-C18 column (4.6 mm×150 mm,5μm);the mobile phase was methanol-water (20:80),the flow rate was 1.0ml/min, the detection wavelength was 244nm,and the column temperature was 30°C.Results The linear relationship of acetaminophen concentration in the range of 10.16~30.48μg/ml was good, $r=0.9998$ ($n=5$);the average recovery was 100.04%, $RSD=0.95\%$ ($n=6$). Conclusion The HPLC method is simple,accurate,reproducible and specific.It is suitable for the determination of acetaminophen in acetaminophen tablets.

Key words:HPLC;Acetaminophen;Determination

对乙酰氨基酚片为目前临床常用的一种乙酰苯胺类解热镇痛药,适应于普通感冒或流行性感引起的发热,也用于缓解轻至中度疼痛如头痛、关节痛、偏头痛、牙痛、肌肉痛、神经痛、痛经。《中国药典》2015 年版^[1]二部采用紫外-可见分光光度法测定其含量,本次试验建立了高效液相色谱法(HPLC 法)测定对乙酰氨基酚片的含量,该方法专属性强,重现性好,可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Waters2695 高效液相色谱仪,Waters2998 二极管阵列检测器,Waters Empower 工作站(美国 Waters 有限公司);UV2550 紫外-可见分光光度计;ABS-135S 电子天平,BS110S 电子天平。

1.2 试剂 对乙酰氨基酚对照品(中国食品药品检定研究院,批号为 100018-201610);对乙酰氨基酚片(东北制药集团沈阳第一制药有限公司,批号:4170911;天津市健生制药有限公司,批号:170301;通化万通药业股份有限公司,批号:170106);甲醇(色谱纯);水(纯化水)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱:Agilent

Eclipse XDB-C18 柱(4.6 mm×150 mm,5 μm);流动相:甲醇-水(20:80);检测波长:244 nm;流速:1.0 ml/min;柱温:30℃;进样量:20 μl。在此色谱条件下,理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于 4000;对乙酰氨基酚峰与其他峰的分离度符合要求。

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取对乙酰氨基酚对照品 10 mg,置 100 ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,即得对照品贮备液。精密量取对照品贮备液 2 ml,置 10 ml 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,续滤液作为对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取对乙酰氨基酚片 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 50 mg),置 100 ml 的量瓶中,加流动相适量溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2 ml,置 50 ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,续滤液作为供试品溶液。

2.2.3 阴性对照品溶液的制备 按处方制备不含对乙酰氨基酚的样品,按“2.2.2”项下供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.3 专属性试验 精密量取对照品溶液、供试品溶液

作者简介:吴玮(1984-),女,安徽萧县人,本科,副主任药师,研究方向:药品检验

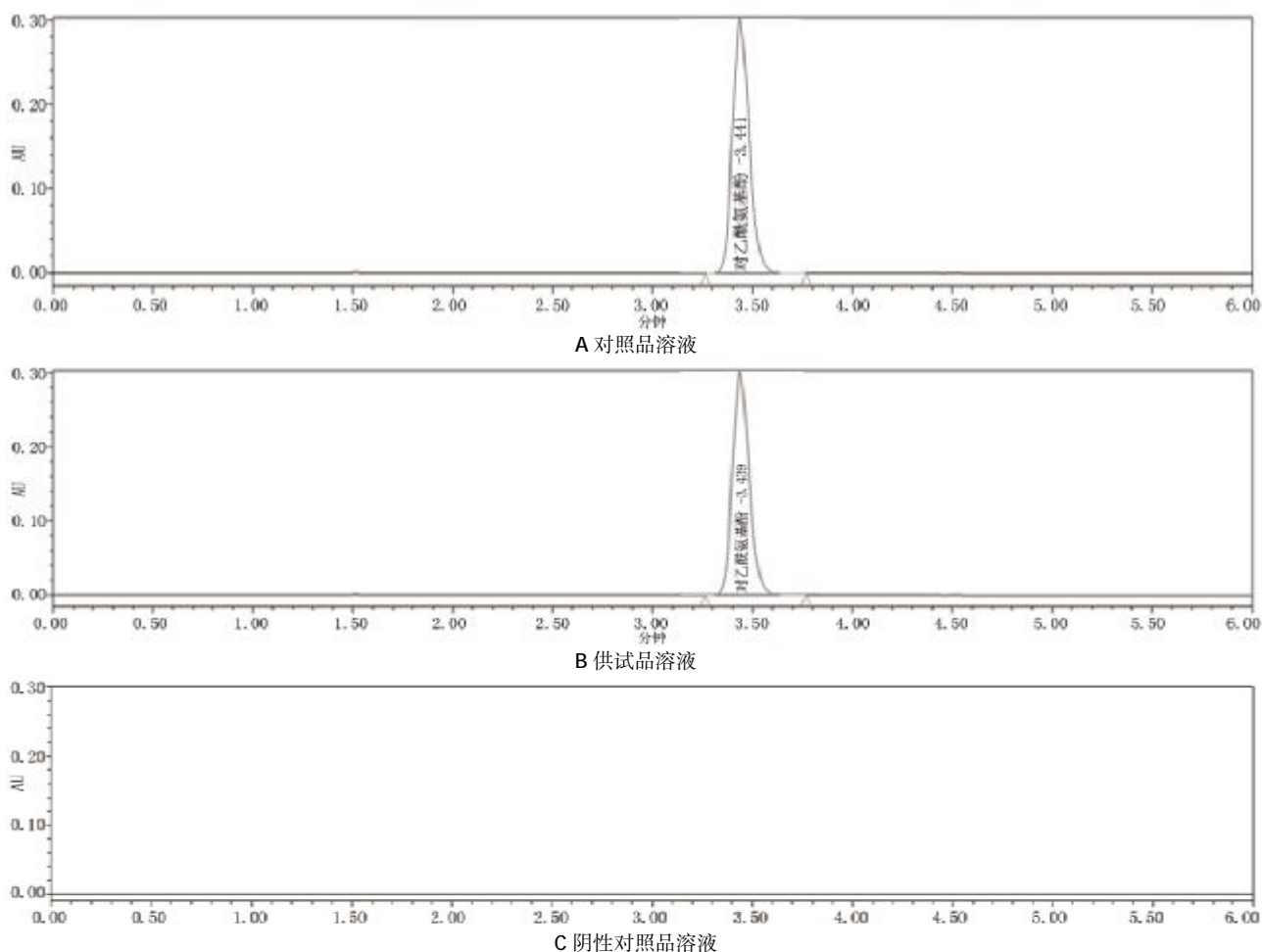


图 1 高效液相色谱图

和阴性对照品溶液各 20 μl , 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 结果显示阴性组无干扰, 见图 1。

2.4 线性关系考察 精密量取对照品贮备液 1、1.5、2、2.5、3 ml, 分别置 5 个 10 ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 制成对乙酰氨基酚浓度分别为 10、15、20、25、30 $\mu\text{g/ml}$ 的系列溶液。按“2.1”项下的色谱条件, 精密量取上述系列溶液各 20 μl , 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图, 测定峰面积。以浓度(c)为横坐标, 峰面积(A)为纵坐标, 绘制标准曲线, 得对乙酰氨基酚线性回归方程为 $Y=81087X-298.4$ ($r=0.9998$)。结果表明, 对乙酰氨基酚浓度在 10.16~30.48 $\mu\text{g/ml}$ 范围内与峰面积线性关系良好。

2.5 精密度试验 精密量取对照品溶液 20 μl , 按“2.1”项下的色谱条件连续进样 6 次, 测得对乙酰氨基酚峰面积平均值为 1661867.50, 其 RSD 为 0.1% ($n=6$), 说明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 取同一批供试品(批号: 4170911)6 份, 按样品测定项下的方法, 测定对乙酰氨基酚的含量, 结果对乙酰氨基酚平均含量的 RSD 为 0.2% ($n=6$), 表明该方法重现性良好。

2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液, 分别放置 0、2、4、6、8、12、24 h 后进样测定, 结果对乙酰氨基酚峰面积的 RSD 为 0.2% ($n=7$), 表明供试品在 24 h 内稳定。

2.8 加样回收率试验 精密量取已知含量的供试品溶液(批号为: 4170911)4、5、6 ml 各 2 份, 置 10 ml 量瓶中, 每份分别相应精密加入对照品贮备液(0.1016 g/ml)0.8、1、1.2 ml, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 按上述色谱条件进样, 分别测定, 计算回收率, 结果见表 1。

2.9 样品测定 取 3 批供试品, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 平行 3 份, 在“2.1”色谱条件下进样分析, 记录色谱峰面积, 按外标法计算对乙酰氨基酚含量, 同时用紫外-可见分光光度法(UV 法)测定其含量, 结果见表 2。

3 讨论

3.1 波长选择 用二极管阵列检测器对对乙酰氨基酚对照品溶液按“2.1”项下的色谱条件与 200~400 nm 波长处绘出 3D 图谱, 结果显示对乙酰氨基酚在 244

(下转第 131 页)

(上接第 128 页)

表 1 对乙酰氨基酚加样回收率试验结果(n=6)

样品含量($\mu\text{g/ml}$)	加入量($\mu\text{g/ml}$)	测得量($\mu\text{g/ml}$)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
8.12	8.13	16.14	98.60	100.04	0.95
8.12	8.13	16.24	99.95		
10.15	10.16	20.33	100.08		
10.15	10.16	20.57	101.27		
12.18	12.19	24.86	99.51		
12.18	12.19	24.58	100.85		

表 2 样品含量测定结果

批号	HPLC 法(%)	UV 法(%)
4170911	100.4	101.3
170301	101.3	101.4
170106	100.7	101.6

nm 波长处有最大吸收峰,其他峰干扰较小,选择 244 nm 为检测波长。

3.2 流动相选择 本文参考相关文献^[2-5]比较了 0.05 mol/L 醋酸铵溶液-甲醇(85:15),甲醇-1%冰醋酸(30:70)和甲醇-水(20:80)等流动相,结果显示:用甲醇-水作为流动相基线平稳,系统稳定,对乙酰氨基酚峰峰形对称,与其他峰的分离效果较好。

综上所述,HPLC 法专属性强,重现性、稳定性较好,准确度和回收率较高,可作为对乙酰氨基酚片的

质量控制方法,以提高药品质量标准。

参考文献:

- [1]国家药典委员会.中国药典.二部[S].北京:中国医药科技出版社,2015:319.
- [2]石向群,方莉,徐景秀,等.液相色谱法测定对乙酰氨基酚片的含量[J].广州化工,2012,40(1):93-97.
- [3]逯小萌.反相高效液相色谱法测定对乙酰氨基酚片的含量[J].海峡药学,2016,28(10):56-58.
- [4]董超琪.HPLC 法测定对乙酰氨基酚滴剂的含量[J].海峡药学,2014,26(5):52-54.
- [5]胡俊,袁常,珍廖晴,等.高效液相色谱法测定氨咖黄敏胶囊中对乙酰氨基酚含量[J].泸州医学院学报,2016,39(02):158-161.

收稿日期:2018-7-27;修回日期:2018-8-10

编辑/杨倩