

岛津 Nexera LC-40 测定氨麻苯美片中 对乙酰氨基酚的含量

LC-179

摘要： 本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，建立了氨麻苯美片中对乙酰氨基酚含量测定的方法。该方法中，对乙酰氨基酚在 0.08-30.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 线性范围内线性良好，相关系数为 0.9999。精密度实验中，对乙酰氨基酚的保留时间相对标准偏差为 0.17-0.36%；峰面积的相对标准偏差为 0.26-0.63%。供试品中对乙酰氨基酚标示量为 102.1%。实验结果表明，该方法能快速准确地测定氨麻苯美片中对乙酰氨基酚的含量。

关键词： Nexera LC-40 高效液相色谱仪 氨麻苯美片 对乙酰氨基酚

氨麻苯美片中的主成分对乙酰氨基酚，是非那西丁的体内代谢产物，通过抑制下丘脑体温调节中枢前列腺素合成酶，适用于感冒发热、关节痛、神经痛及偏头痛、癌性痛及手术后止痛。

国家药典委员会 2017 年 10 月发布了“关于氨麻苯美片国家药品标准的公示”氨麻苯美片检定方法征求意见稿。按照征求意见稿中氨麻苯美片含量测定项下要求，使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪对主

成分对乙酰氨基酚含量进行测定。系统适用性试验中，按对乙酰氨基酚峰计不低于 3000；供试品中含对乙酰氨基酚的标示量应为 90.0%~110.0%。

本实验使用 Nexera LC-40 高效液相色谱仪建立了氨麻苯美片中对乙酰氨基酚的含量测定方法，该系统具有分析速度快、稳定性高的特点，适用于制药药检相关行业对药品质量控制和分析的检验检测工作。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，具体配置为：SCL-40（系统控制器），DGU-405（脱气机），LC-40B XR（输液泵），SIL-40C XR 自动进样器，CTO-40C（柱温箱），SPD-M40A（二极管阵列检测器），LabSolutions Ver. 5.97（色谱工作站）。



图 1 岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱: Shim-pack GIST C18 (2.1 mm I.D.×100 mm L, 2 μm)
流动相: A相 -0.05 mol/L 磷酸二氢钾溶液; B相 - 乙腈: 甲醇 (5:1)
流速: 0.4 mL/min
柱温: 40°C
检测波长: 245 nm
进样体积: 2 μL
洗脱方式: 等度洗脱, A/B = 90/10 (v/v)

■ 样品前处理

对照品溶液制备: 参照征求意见稿含量测定项下测定法, 取对乙酰氨基酚对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释成每 1 mL 中约含 20 μg 的溶液, 即得。

供试品溶液制备: 参照征求意见稿含量测定项下测定法, 取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量 (约相当于对乙酰氨基酚 20 mg), 置 100 mL 量瓶中, 加流动相适量, 振摇使对乙酰氨基酚溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5mL, 置 50 mL 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

■ 结果与讨论

3.1 系统适用性试验

按照 1.2 中分析条件对 2 中对照品溶液进行测定, 色谱图如图 2 所示。对乙酰氨基酚峰理论塔板数为 4459, 符合系统适用性要求 (征求意见稿含量测定项下系统适用性试验按对乙酰氨基酚峰计不低于 3000)。Nexera LC-40 系统二极管阵列检测器 SPD-M40 经过光学系统改良, 具备了卓越的降噪能力, 指定条件下噪音低于 4.5×10^{-6} AU。同时, 灯室、流通池和光谱仪具有三重控温技术, 有效降低温度波动引起的波长变化, 即使室温波动达到 10°C 也能得到稳定的基线。

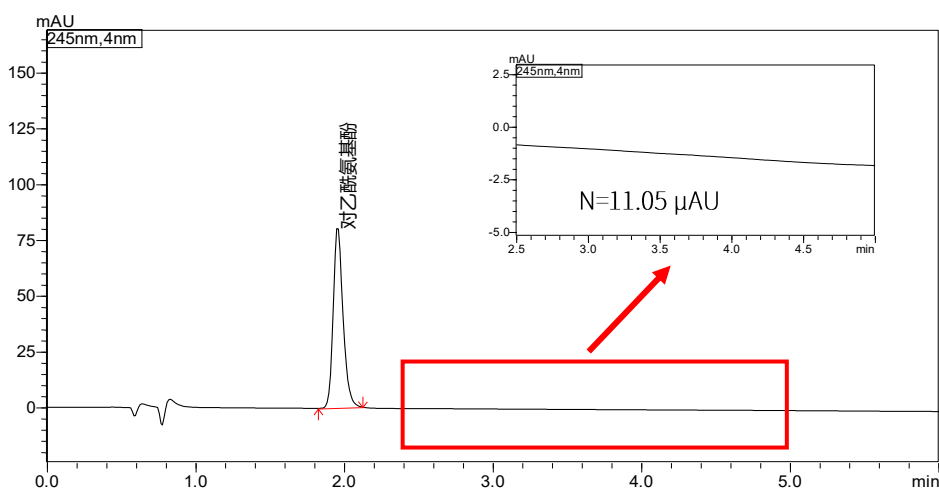


图 2 对照品溶液系统适用性色谱图 (20 μg/mL)

3.2 标准曲线

按 1.2 中的分析条件进行测定, 以浓度为横坐标, 峰面积比为纵坐标, 采用外标法建立标准曲线, 结果如图 3 所示, 对乙酰氨基酚在 0.08-30.0 μg/mL 线性浓度范围内, 线性相关性良好, 相关系数为 0.9999, 具体结果见表 1。

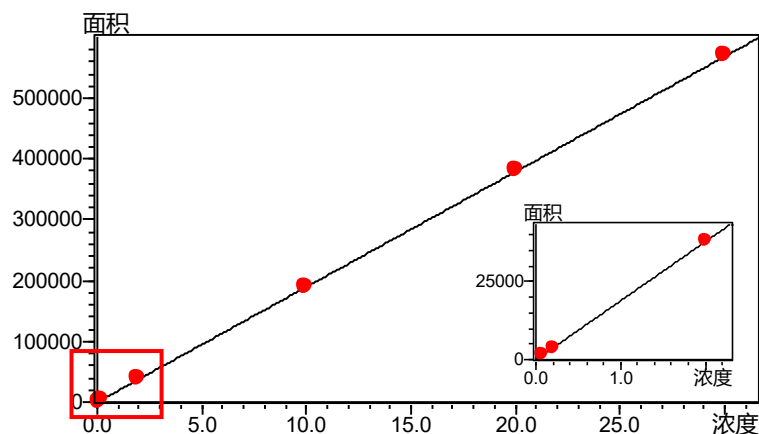


图 3 对乙酰氨基酚标准曲线

表 1 标准曲线参数

名称	英文名称	CAS No.	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	线性方程	相关系数	准确度 %
对乙酰氨基酚	Paracetamol	103-90-2	0.08-30.0	$Y = (18957.8)X + (-55.7310)$	0.9999	98.0-102.2

3.3. 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定，选择浓度为 0.2、2.0 和 20.0 $\mu\text{g/mL}$ 的对乙酰氨基酚对照品溶液分别连续进样测定 6 次重复性色谱图如图 4 所示。对乙酰氨基酚的保留时间 RSD% 为 0.17-0.36%；峰面积 RSD% 为 0.26-0.63%，结果见表 2。结果表明 Nexera LC-40 液相色谱仪具有良好的精密度。

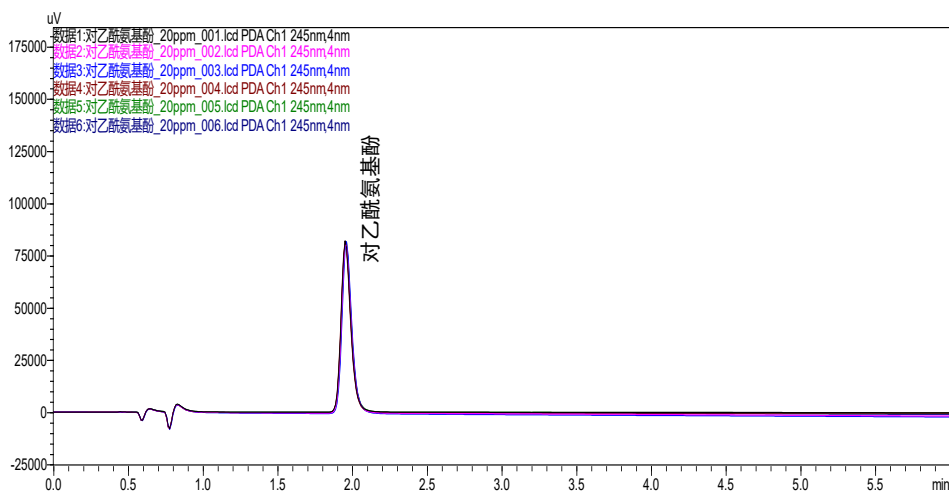


图 4 对照品溶液重复性色谱图 (20 $\mu\text{g/mL}$)

表 2 对乙酰氨基酚对照品溶液精密度的结果 (n=6)

	0.2 µg/mL		2.0 µg/mL		20.0 µg/mL	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
1	2.032	3,687	2.024	37,889	1.954	379,694
2	2.032	3,646	2.030	37,697	1.957	378,764
3	2.037	3,693	2.029	37,767	1.961	381,454
4	2.018	3,692	2.014	37,642	1.953	379,380
5	2.021	3,648	2.028	37,790	1.958	380,882
6	2.030	3,654	2.027	37,517	1.955	380,031
平均值	2.028	3,670	2.025	37,717	1.956	380,034
RSD(%)	0.36	0.63	0.29	0.34	0.17	0.26

3.4. 样品含量测定

取某厂家生产的氨麻苯美片（规格：每片含对乙酰氨基酚 325 mg）10 片，精密称定，平均片重为 543.51 mg。研细，精密称取 35.24 mg 粉末，按照 2 中步骤得到供试品溶液，上机分析。供试品溶液连续进样测定 6 次，对乙酰氨基酚的保留时间 RSD% 为 0.04%，峰面积为 0.26%，仪器精密度良好。供试品溶液色谱图及重复性色谱图如图 5- 图 6 所示，供试品溶液重复性结果见表 3。使用外标法定量，计算得到供试品中对乙酰氨基酚标示量为 102.1%，符合征求意见稿要求（征求意见稿含量测定项下供试品中含对乙酰氨基酚的标示量应为 90.0%~110.0%）。

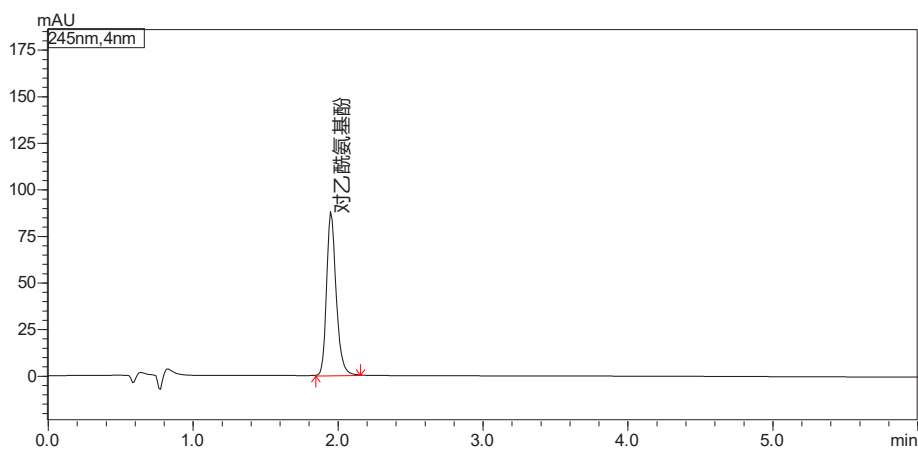


图 5 供试品溶液色谱图

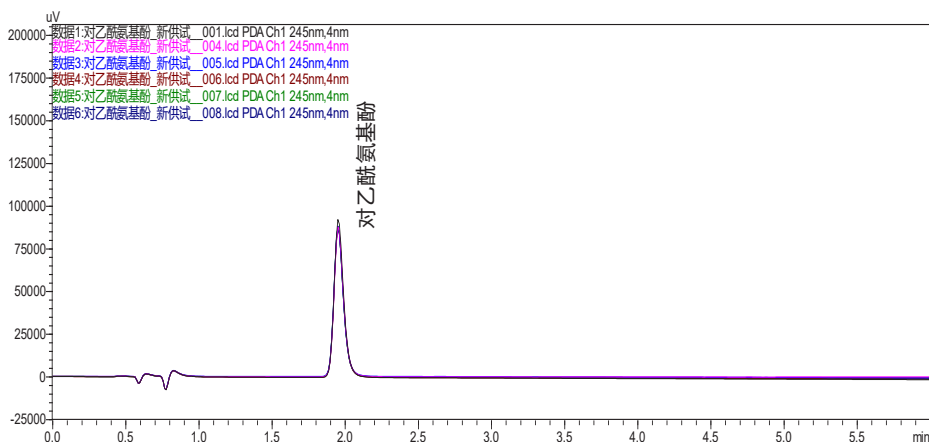


图 6 供试品溶液连续 6 针重复性色谱图

表 3 供试品溶液重复性结果 (n=6)

	对乙酰氨基酚		
	R.T.	Area	浓度 (µg/mL)
1	1.955	408,727	21.58
2	1.955	406,567	21.47
3	1.954	405,748	21.43
4	1.954	407,830	21.54
5	1.953	407,786	21.53
6	1.954	407,275	21.51
平均值	1.954	407,322	21.51
RSD (%)	0.04	0.26	

结论

本实验使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，参照“关于氨麻苯美片国家药品标准的公示”氨麻苯美片检定方法征求意见稿中含量测定项，建立了氨麻苯美片中对乙酰氨基酚的含量测定方法。结果表明，对乙酰氨基酚峰理论塔板数为 4459；对乙酰氨基酚在 0.08-30.0 µg/mL 线性范围内线性良好，相关系数为 0.9999。精密度实验中，对乙酰氨基酚的保留时间相对标准偏差为 0.17-0.36%；峰面积的相对标准偏差分别为 0.26-0.63%，仪器精密度良好；供试品中对乙酰氨基酚标示量为 102.1%，结果均符合征求意见稿要求。

岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪分析速度快、稳定性良好、结果准确度高，适用于制药药检相关行业对药品质量控制和分析的检验检测工作。