

HPLC 测定消咳颗粒中的盐酸麻黄碱

汪佳萍 柴 军 谢浙裕

(绍兴市食品药品检验所 浙江 绍兴 312071)

摘要: 目的 建立 HPLC 测定消咳颗粒中盐酸麻黄碱含量的方法。方法 采用 Ultimate AQ - C₁₈ 色谱柱,流动相为乙腈 - 0.02 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钾溶液(含 0.2% 三乙胺,磷酸调 pH2.5) (2 : 98),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 210 nm。结果 0.0424 ~ 0.318 μg 盐酸麻黄碱与峰面积的线性关系良好($r=0.9999$),平均回收率为 96.87% ($n=9$), $RSD=1.0\%$ 。结论 所用方法简便、准确、重复性好,可作为消咳颗粒质量控制的方法之一。

关键词: 高效液相色谱法; 消咳颗粒; 盐酸麻黄碱; 含量测定

中图分类号: R917

文献标志码: A

文章编号: 1006 - 0103(2012)02 - 0200 - 02

Determination of ephedrine hydrochloride in Xiaoke granule by HPLC

WANG Jia - ping ,CHAI Jun ,XIE Zhe - yu

(Shaoxing Institute for Food and Drug Control ,Shaoxing ,Zhejiang 312071 P. R. China)

Abstract: **OBJECTIVE** To establish a HPLC method for the content determination of ephedrine hydrochloride in Xiaoke granule. **METHODS** The Ultimate AQ - C₁₈ (250 mm × 4.6 mm 5 μm) column was used. The mobile phase consisted of acetonitrile - 0.02 mol·L⁻¹ potassium dihydrogen phosphate(included 0.2% triethylamine adjusted pH to 2.5 with phosphoric acid) (2 : 98). The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, and the detection wavelength was 210 nm. **RESULTS** The linear range of ephedrine hydrochloride was 0.0424 - 0.318 μg ($r=0.9999$), and the average recovery was 96.87% with the RSD of 1.0% ($n=9$). **CONCLUSION** The method is simple, accurate and reduplicate, and could be used in the quality control of ephedrine hydrochloride in Xiaoke granule.

Key words: HPLC; Xiaoke granule; Ephedrine hydrochloride; Content determination

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006 - 0103(2012)02 - 0200 - 02

消咳颗粒的处方由枇杷叶、罂粟壳、百部、麻黄、桔梗等药材组成,具有止咳化痰、平喘的功效,主要用于治疗急、慢性支气管炎引起的咳嗽、咳喘、咳痰等症。消咳颗粒的质量标准只有化学鉴别,为有效地控制消咳颗粒的质量,现对方中的麻黄进行了含量测定方法的研究。麻黄中主要有效成分为麻黄碱,据相关文献^[1-2],采用 HPLC 法测定了样品中盐酸麻黄碱的含量。所用方法操作简便、重复性好、结果准确、可靠。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

1200 型高效液相色谱仪(美国安捷伦)。盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:171242 - 200405);水为超纯水;乙腈为色谱纯;消咳颗粒(贵州百灵企业集团制药股份有限公司)。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 采用 Ultimate AQ - C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈 - 0.02 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钾溶液(含 0.2% 三乙胺,磷酸调

pH2.5) (2 : 98),检测波长 210 nm,流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 35 °C,进样量 5 μL。

1.2.2 溶液的制备 精密称取 10.6 mg 盐酸麻黄碱对照品,置 100 mL 量瓶中,加 0.1% 盐酸甲醇溶液溶解并定容,精密量取 10 mL,置 25 mL 量瓶中,加 0.1% 盐酸甲醇溶液定容,得 42.40 μg·mL⁻¹ 对照品溶液。精密称取 0.5 g 消咳颗粒装量差异项下的内容物粉末,置 50 mL 具塞量瓶中,加 1.0 mL 浓氨试液,密闭,使充分湿润,加入 40 mL 氯仿,超声处理 30 min,放至室温,用氯仿定容,过滤,弃去初滤液,精密量取 25 mL 续滤液,加 2 mL 0.1% 盐酸甲醇溶液,摇匀,挥干,残渣中加 0.1% 盐酸甲醇溶液溶解,转移至 5 mL 量瓶中,再加 0.1% 盐酸甲醇溶液定容,离心,取上清液,即得供试品溶液。按处方组成及生产工艺制得缺麻黄的阴性样品,同法制得缺麻黄的阴性供试品溶液。

1.2.3 系统适应性试验 精密吸取对照品、供试品和阴性供试品溶液各 5 μL,按“1.2.1”项色谱条件,分别进样,记录色谱图。理论板数以盐酸麻黄碱峰计大于 3×10^3 ;阴性供试品溶液色谱中在盐酸麻黄碱保留时间处无吸收峰,说明无干扰(图 1)。

作者简介:汪佳萍,女,主管药师,从事药品食品的检验工作。Email: sxjpwang@163.com

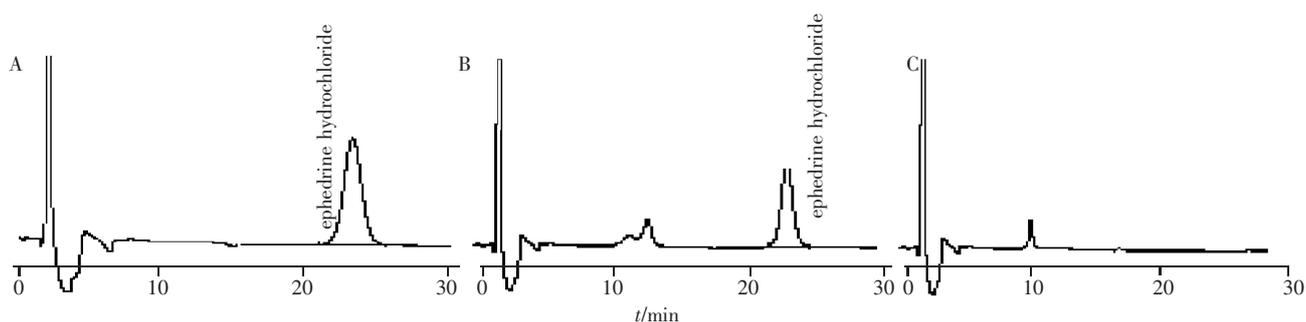


图1 对照品(A)、供试品(B)和阴性供试品(C)溶液的色谱图

Fig 1 HPLC chromatogram of control solution(A) sample solution(B) and blank solution(C)

1.2.4 线性关系的考察 取适量对照品,分别配成 8.48、12.72、21.20、42.40、63.60 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的盐酸麻黄碱对照品溶液,按“1.2.1”项色谱条件,分别进样 5 μL 测定,记录色谱图。以进样量为横坐标、峰面积为纵坐标绘制标准曲线。回归方程为: $Y = 2.167 \times 10^3 X + 1.615$ ($r = 0.9999$),线性范围为 0.0424 ~ 0.318 μg 。

1.2.5 精密度的试验 取适量对照品,分别配成 21.20、42.40、84.80 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的盐酸麻黄碱对照品溶液,平行 6 组,按“1.2.1”项色谱条件于 1 d 内测定,计算日内精密度;连续 3 d 内测定,计算日间精密度,结果见表 1。

表1 盐酸麻黄碱的精密度的测定结果($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ $\bar{x} \pm s$ $n=6$)

Table 1 Determination precision of ephedrine hydrochloride ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ $\bar{x} \pm s$ $n=6$)

Added	RSD of inter-day	RSD of intra-day
21.20	0.76	0.89
42.40	0.75	1.01
84.80	0.80	0.96

1.2.6 重复性与稳定性试验 取同一批号样品,按“1.2.2”项制备供试品溶液,分别制得 6 份供试溶液。按“1.2.1”项色谱条件,测定样品中盐酸麻黄碱的含量,计算 $RSD = 1.2\%$ 。取同一批供试品溶液,分别在 0、4、8、12、18、24 h 时进样,记录盐酸麻黄碱的色谱峰面积。计算得峰面积的 $RSD = 0.8\%$,表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

1.2.7 加样回收率试验 精密称取 9 份已知含量的同一批样品(盐酸麻黄碱为 0.421 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$) 各 0.5 g,置 50 mL 量瓶中,分别精密加入 1.6、2.0、2.4 mL 0.106 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 对照品溶液,摇匀,按“1.2.2”项制备供试品溶液,分别测定盐酸麻黄碱的含量。计算得平均回收率为 96.87% $RSD = 1.0\%$ (表 2)。

1.2.8 耐用性试验 比较了 3 种不同类型的色谱柱: Ultimate AQ C_{18} (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm)、Agilent Extend C_{18} (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm)、Waters

Symmetry C_{18} (150 mm \times 4.6 mm, 5 μm) 结果显示: 供试品溶液在 3 种色谱柱上均能得到很好的分离。

1.2.9 样品的测定 取 3 批样品,分别按“1.2.2”项方法制备供试品溶液,按“1.2.1”项方法测定。计算得盐酸麻黄碱的含量分别为 0.421、0.475、0.508 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

表2 盐酸麻黄碱的加样回收率试验结果(mg)

Table 2 Results of recovery test of ephedrine hydrochloride(mg)

Original	Added	Detected	Recovery/%	$\bar{X}/\%$	RSD/%
0.2100	0.1696	0.3740	96.70	96.87	1.00
0.2084	0.1696	0.3731	97.11		
0.2121	0.1696	0.3749	95.99		
0.2118	0.2120	0.4207	98.54		
0.2106	0.2120	0.4176	97.64		
0.2118	0.2120	0.4140	95.38		
0.2099	0.2544	0.4549	96.31		
0.2136	0.2544	0.4617	97.52		
0.2131	0.2544	0.4590	96.66		

2 讨论

曾比较了乙醚与氯仿作为提取溶剂,氯仿提取盐酸麻黄碱的含量明显高于乙醚提取的含量,故采用氯仿提取的方法制备供试品溶液。曾采用乙腈-0.1% 磷酸溶液(2:98)为流动相,但盐酸麻黄碱的峰拖尾,与杂质峰不能有效分离,加入适量扫尾剂(三乙胺)后,峰形也不理想。选用乙腈-0.02 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钾溶液(含 0.2% 三乙胺,磷酸调 pH2.5)(2:98)后,盐酸麻黄碱与杂质峰的分度好,能到达基线分离,阴性对照无干扰。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 224.
- [2] 许敏, 刘杨. HPLC 测定苏菲咳糖浆中的盐酸麻黄碱[J]. 华西药理学杂志, 2011, 26(1): 79-80.

收稿日期: 2011-04-19