

高效液相色谱法测定小儿平喘合剂中盐酸麻黄碱的含量

殷红妹, 崔金萍 (杭州市药品检验所, 浙江 杭州 310014)

摘要:目的 建立小儿平喘合剂中盐酸麻黄碱的含量测定方法。方法 采用 HPLC, 以 ZORBAX SB-C₁₈ 为色谱柱, 乙腈-0.2% 磷酸溶液 (3:97) 为流动相, 检测波长 210nm。结果 试验表明, 盐酸麻黄碱在 0.06 ~ 0.96 μg 范围内呈良好的线性关系 ($r = 1.000$), 平均回收率为 99.41%, ($RSD = 0.65\%$)。结论 本方法简便, 准确, 可作为该制剂的制控标准。

关键词: 高效液相色谱法; 盐酸麻黄碱; 小儿平喘合剂

中图分类号: R917.78.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)03-0234-03

Determination of ephedrine in Xiaoerpingchuan mixture by HPLC

YIN Hong-mei, CUI Jin-ping (Hangzhou Institute for Drug Control, Zhejiang, Hangzhou 310014, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish the method for determination of ephedrine in Xiaoerpingchuan mixture. **METHODS** HPLC method was selected to determine the content. The analysis column was ZORBAX SB-C₁₈. The mobile phase was acetonitrile-0.2% phosphoric acid solution (3:97). The detection wavelength was 210nm. **RESULTS** The calibration curve was liner in the range of ephedrine from 0.06 ~ 0.96 μg ($r = 1.000$), The Average recoveries was 99.41% ($RSD = 0.65\%$). **CONCLUSION** The method was simple and accurate. The method is suitable for the quality control of this preparation.

KEY WORDS: HPLC; ephedrine; Xiaoerpingchuan mixture

作者简介: 殷红妹 (1970 年 -), 女 (汉族), 江西南昌人, 主管中药师, 中药学硕士, 主要从事药品的检验工作。电话: 0571-85463890 E-mail: fda01@126.com

小儿平喘合剂是医院制剂,由盐酸麻黄碱、愈木创酞磺酸钾、马来酸氯苯那敏(扑尔敏)等西药组成,系一种止咳化痰西药制剂。处方中盐酸麻黄碱的标示量为 1mL: 2mg,该成分具有拟肾上腺素作用和对中枢神经系统兴奋作用^[1-2],在本制剂中有必要对此成分作定量控制。笔者应用反相液相色谱法对样品中所含有的盐酸麻黄碱进行了分析测定。

1 仪器与试剂

Angilent1100 系列高效液相色谱仪,包括 G1311A 四元泵、G1322A 在线脱气机、G1316A 柱温箱、G1313A 自动进样器、G1314AVWD 检测器、Agilent Chen 化学工作站,SHIMADZU UV-2550 紫外分光光度计,AG204 电子天平(瑞士 METTLER TOLEDO)。

乙腈为色谱纯,磷酸为分析纯,重蒸馏水。

盐酸麻黄碱对照品,供含量测定用(批号:1241-0001)由中国药品生物检定所提供。

小儿平喘合剂(批号为 041112,041201,041216)及缺盐酸麻黄碱的阴性对照样品均由杭州市第一人民医院生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Angilent ZORBAX SB-C18 柱(150 × 4.6mm, 5um);流动相: 乙腈-0.2% 磷酸溶液(3:97)^[3];流速 1.0mL/min;柱温:40℃;检测波长:210nm。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取盐酸麻黄碱对照品适量加水制成每 1mL 中 60μg 的溶液,摇匀,即得。

2.3 供试品溶液的制备

取本品,摇匀,精密量取 3mL,置 100 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

2.4 专属性试验

缺盐酸麻黄碱的阴性对照样品,按供试品制备方法制得阴性对照溶液。照上述色谱条件,精密吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液各 5μL 分别注入液相色谱仪。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,有相同保留时间的色谱峰,而阴性对照液在此保留时间无干扰,表明方法专属性良好。

2.5 线性范围考察

分别精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液 1,2,4,6,8,10,12,14,16μL 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标(Y),盐酸麻黄碱进样量为横坐标(X)绘制标准曲线,得回归方程: $Y = 127.63X + 1.37$, $r = 1.0000$ 。结果表明,盐酸麻黄碱在 0.06 ~ 0.96μg 范围内有良好的线性关系。

2.6 精密度试验

精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液 5μL,按上述色谱条件测定,分别进样 10 次,测定峰面积,结果 RSD 为 0.09%,表明仪器精密度良好。结果见表 1。

2.7 稳定性试验

精密吸取同一供试品溶液 5μL,按上述色谱条件测定,每隔一定时间进样 1 次,测定峰面积,结果 RSD 为 0.21% (n = 10),表明样品在 33h 内稳定。结果见表 2。

2.8 重复性试验

取同一批号样品(批号:041201)按供试品溶液制备方法平行制备 8 份,各精密吸取 5μL,按上述色谱条件测定,并以标示量表示,计算盐酸麻黄碱的含量,结果该批样品中盐酸麻黄碱的平均含量为 95.84%,RSD 为 0.73% (n = 8),表明本法重现性较好。结果见表 3。

表 1 精密度试验结果

Tab 1 The experimental results of precision

试验号	峰面积	试验号	峰面积
1	665.61	6	654.61
2	656.02	7	654.73
3	654.89	8	655.73
4	656.41	9	655.84
5	655.84	10	655.66

表 2 稳定性试验结果

Tab 2 The experimental results of stability

时间(h)	峰面积	时间(h)	峰面积
0	620.06	17	622.48
3	622.48	20	622.41
6	622.11	23	622.72
9	622.79	29	623.42
14	624.08	33	625.02

表 3 重复性试验结果

Tab 3 The experimental results of contents

编号	含量(%)	编号	含量(%)
1	94.94	5	96.18
2	96.50	6	95.76
3	94.59	7	96.14
4	96.18	8	96.42

2.9 回收率试验

采用空白加样回收法,精密吸取缺盐酸麻黄碱的阴性对照样 9 份各 0.75mL,置 25mL 量瓶中,分别精密加入 0.636 mg/mL 盐酸麻黄碱对照品溶液 2.0,2.0,2.0,2.5,2.5,2.5,3.0,3.0,3.0mL,加水至刻度,摇匀,精密吸取 5μL,按上述色谱条件测定峰面积并计算含量,结果平均回收率为 99.41%,RSD 为 0.65% (n = 9),表明本法具有良好的回收率。结果见表 4。

表 4 回收率试验结果

Tab 4 The experimental results of the recoveries

编号	已知量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 %	平均 回收率	RSD
1	1.272	1.2569	98.81	99.41%	0.65%
2	1.272	1.2665	99.57		
3	1.272	1.2673	99.63		
4	1.590	1.5766	99.16		
5	1.590	1.5774	99.21		
6	1.590	1.5763	99.14		
7	1.908	1.9257	100.93		
8	1.908	1.8983	99.49		
9	1.908	1.8843	98.76		

2.10 样品测定

精密吸取供试品溶液 5μL,按上述色谱条件测定峰面积,分别测定 3 批样品,按外标法计算,并以标示量表示,计算盐酸麻黄碱的含量。结果见表 5。

表5 样品中盐酸麻黄碱含量测定结果

Tab 5 The experimental results of the contents in the sample

批号	含量
041112	94.89%
041216	95.08%
041201	95.53%

3 讨论

3.1 盐酸麻黄碱的测定方法有旋光法^[4]，紫外分光光度法^[5]，但本品含有大量的单糖浆，实验中紫外区光谱扫描干扰很大，无法测定。

3.2 盐酸麻黄碱在 257nm 波长处有弱吸收，但在紫外有很强的末端吸收，为提高检测灵敏度，选定 210nm 为检测波长^[6]。

3.3 盐酸麻黄碱易溶于水，供试液的制备用水直接稀释，操作简单易行，在该试验色谱条件下，流动相的 pH 值为 3.0 左右，分离度及保留时间均令人满意。

3.4 用反相色谱法测定小儿平喘合剂中盐酸麻黄碱的含量

方法可行，精密度、稳定性、重复性、回收率试验良好，可作为小儿平喘合剂质量标准中的含量测定方法。

参考文献

[1] 林启寿. 中草药成分化学[M]. 北京: 科学出版社, 1977, 686.

[2] 黄泰康. 常用中药成分与药理手册[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994, 1625.

[3] 姜舜尧, 田颂九, 刘琼. 用 2 种高效液相色谱分离模式分析测定半夏露糖浆中麻黄碱、伪吗黄碱成分[J]. 药物分析杂志, 2003, 23(5): 341-344.

[4] 刘伦, 徐秀丽. 氯麻滴鼻液中盐酸麻黄素的旋光测定法[J]. 泰山医学院学报, 1998, 19(1): 23-24.

[5] 莫明兴, 费寿耆. 紫外分光光度法测定麻黄素洗必泰滴鼻液的含量[J]. 海峡药学, 2002, 14(1): 24-25.

[6] 国家中成药标准汇编(内科肺系(一)分册)[M]. 2002, 510 - 512.

收稿日期: 2005-07-02