

HPLC测定千柏鼻炎片中麻黄碱的含量

钟保恒 (广西柳州食品药品检验所, 广西 柳州 545001)

摘要:目的 建立千柏鼻炎片中盐酸麻黄碱的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法。结果 盐酸麻黄碱在 $0.249 \sim 4.98 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内呈良好线性关系, 平均回收率为 98.9%, $\text{RSD} = 0.8\%$ 。结论 该方法简便、稳定、准确、重复性好。

关键词: 千柏鼻炎片; 高效液相色谱法; 麻黄碱

中图分类号: R917.78; R917.101 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2008)05-0434-03

Determination of Ephedrine in Qianbai Biyan Tablets by HPLC

ZHONG Bao-heng (Guangxi Liuzhou Institute for Food and Drug Control, Liuzhou 545001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the determination of Ephedrine in Qianbai Biyan Tablets. **METHODS** The HPLC was conducted. **RESULTS** The Ephedrine Hydrochloride was a good linear relations in the range of $0.249 \sim 4.98 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. The average recovery was 98.9% and the RSD was 0.8%. **CONCLUSION** The method is simple, reliable, accurate and reproducible.

KEY WORDS: Qianbai Biyan tablets; HPLC; Ephedrine

作者简介: 钟保恒, 男, 主管中药师

Tel: (0772) 2825417

E-mail: zhongbaoheng@163.com

千柏鼻炎片收载于中国药典 2005年版一部,由千里光、卷柏、麻黄、羌活等 7 味中药制成的复方制剂,具有清热解毒、活血祛风、宣肺通窍功效。原质量标准中仅有鉴别项目,无含量测定项目,为控制产品质量,笔者选择文中麻黄的有效成分麻黄碱作为定量指标,参考文献报道^[1-4],采用高效液相色谱法对麻黄碱进行含量测定,获得满意结果。

1 仪器与试剂

岛津 LC-2010A 高效液相色谱仪, LC-solution 色谱工作站。盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所, 071241-200404 供含量测定用), 千柏鼻炎片(批号: 051113 051222 05122)及阴性样品均为广西某药业股份有限公司提供, 甲醇为色谱纯, 其他试剂和溶剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

CLC-ODS(150 mm × 6.0 mm, 5 μm)色谱柱, 柱温 40 ℃, 甲醇-水(43:57)为流动相, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长为 254 nm, 进样量 20 μL。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算为 11 000 拟订为理论板数不得低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取盐酸麻黄碱对照品 12.45 mg 置 100 mL 量瓶

中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀作为对照品储备液,精密量取 5 mL,置 50 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。精密量取 5 mL,置 25 mL 量瓶中,加入高碘酸溶液(0.025 g·mL⁻¹)1 mL, 0.25 mol·L⁻¹氢氧化钠溶液 2.5 mL, 摇匀,放置 30 min,用 0.5 mol·L⁻¹盐酸溶液调节至中性,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 含盐酸麻黄碱 2.5 μg)。

2.3 供试品溶液的制备

取本品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,取 2 g 精密称定,加 5 mol·L⁻¹氢氧化钠溶液 120 mL,摇散,加氯化钠 7.5 g 超声处理 10 min 蒸馏,用预先盛有 0.5 mol·L⁻¹盐酸溶液 5 mL 的 100 mL 量瓶收集蒸馏液近 95 mL,加水至刻度,摇匀。精密量取 10 mL 置 25 mL 量瓶中,按“2.2”项下的方法,自“加入高碘酸溶液”起,依法操作,即得。

2.4 阴性对照溶液的制备

取阴性样品,同供试品方法处理,得阴性对照溶液。

2.5 干扰实验

照上述色谱条件,分别取对照品溶液,供试品溶液,阴性对照溶液,注入色谱仪,记录色谱图,见图 1。从图中可见,空白试验无干扰。

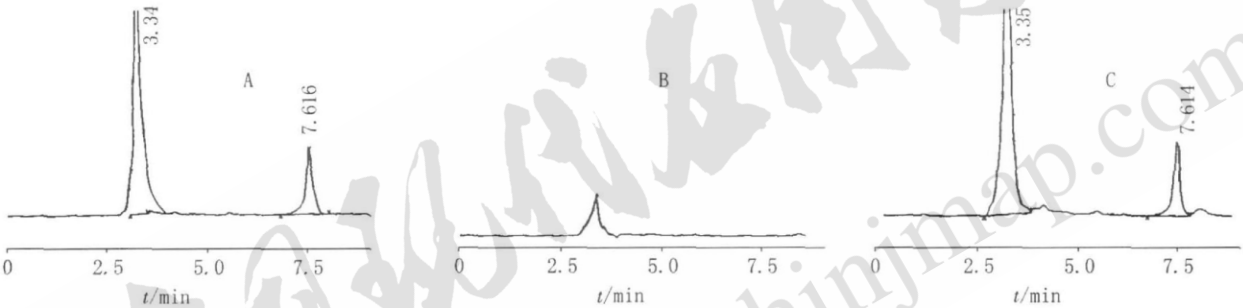


图 1 对照品、空白样品的及供试品 HPLC 色谱图

A-对照品; B-空白样品; C-供试品

Fig 1 HPLC chromatograms of reference substance and negative sample without Ephedrine and sample

A- reference substance; B- negative sample without Ephedrine; C- sample

2.6 线性关系考察

按“2.2”方法配制成浓度为 0.249, 1.245, 2.490, 3.735, 4.980 μg·mL⁻¹ 系列溶液, 分别进行 20 μL, 以峰面积与盐酸麻黄碱含量作图, 求得回归方程为: $Y = 7.19 \times 10^{-4} X + 1.78 \times 10^{-4}$, $r = 0.9999$ 。表明盐酸麻黄碱在 0.249 ~ 4.980 μg·mL⁻¹ 内呈良好线性关系。

2.7 稳定性考察

取供试品溶液(051113), 分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 按上述色谱条件各测一次, 盐酸麻黄碱峰面积的平均值为 209 792, RSD 为 1.0% ($n = 5$), 表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.8 重复进样精密度试验

取“2.2”项下对照品溶液, 重复进样 6 次, 以峰面积计算其 RSD 为 0.9%, 说明仪器性能良好。

2.9 重复性试验

取同一批样品(051222) 5 份, 分别按供试品溶液制备方法制备, 按拟定的色谱条件进行测定, 结果, 盐酸麻黄碱含量

均值为: 0.12 mg·片⁻¹。

2.10 回收率试验

采用加样回收方法测定。取已测定含量的样品 6 份, 每份 1 g 分别加入盐酸麻黄碱对照品相当于样品中已知含量的 80%, 100%, 120%, 按含量测定的方法进行回收率测定, 结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

Tab 1 Results of recovery test

编号	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.329 6	0.264 0	0.591 5	99.20		
2	0.332 1	0.264 0	0.596 4	100.11	98.9	0.8
3	0.335 7	0.330 8	0.662 1	98.67		
4	0.328 1	0.330 8	0.651 6	97.79		
5	0.337 5	0.405 6	0.737 2	98.55		
6	0.334 9	0.405 6	0.737 9	99.36		

2.11 样品含量测定

分别取不同批号的本品,按“2.2”,“2.3”方法制备对照品溶液和供试品溶液,依法测定,结果见表2。

表2 样品中盐酸麻黄碱含量测定结果 ($n=3$)

Tab 2 Determination results of the Ephedrine Hydrochloride in samples ($n=3$)

批 号	盐酸麻黄碱 /mg·片 ⁻¹
051113	0.17
051222	0.12
051227	0.13

3 讨论

3.1 本实验根据盐酸麻黄碱在强碱状态下能游离挥发的特性,进行蒸馏提取,可得到较单一的提取溶剂,杂质干扰少。

3.2 HPLC简便、快速、稳定、准确,可作为样品含量的控制方法。由于样品仅测了3批,需积累数据后确定其含量限

度,用于该制剂的质量控制。

REFERENCES

- [1] Ch. P (2005) VolI (中国药典 2005年版一部) [S]. 2005: 337
- [2] DONG H R, XU S L, LI J. Determination of Ephedrine hydrochloride in Kexinkang tablets by HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2004, 35(11): 215.
- [3] ZHANG G Y, WANG L. Determination of Ephedrine Hydrochloride in Kechuanling tablets by RP-HPLC [J]. Jiangsu Pharm Clin Res(江苏药学与临床研究), 2005, 13(1): 334.
- [4] XUE Li. Determination of Ephedrine hydrochloride in Baizhishanganmao granules by HPLC [J]. J Guangxi Coll Tradit Chin Med Univ(广西中医学院学报), 2003, 6(4): 50.

收稿日期: 2006-04-14