

HPLC 测定祛痰平喘胶囊中盐酸麻黄碱的含量

刘建华¹, 刘文炜¹, 高玉琼^{1*}, 霍昕¹, 杨迺嘉¹, 张泽文²

(1. 贵州省生物技术研究开发基地, 贵阳 550002; 2. 中南大学湘雅药学院, 长沙 410013)

[摘要] 目的: 建立 HPLC 测定祛痰平喘胶囊中盐酸麻黄碱含量的方法。方法: 色谱柱为 Hypersil ODS₂ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.01 mol·L⁻¹磷酸二氢钾溶液-三乙胺-磷酸(5:95:0.4:0.2), 检测波长 210 nm。结果: 盐酸麻黄碱与样品中其他组分分离效果好, 盐酸麻黄碱浓度在 25.33 ~ 405.20 mg·L⁻¹ 具有良好线性关系, 平均回收率为 95.00%, RSD 1.61% (n=6)。结论: 采用此法测定祛痰平喘胶囊中盐酸麻黄碱含量, 准确可靠, 简便易行, 所建的含量测定方法可用于祛痰平喘胶囊的质量控制。

[关键词] 祛痰平喘胶囊; 盐酸麻黄碱; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)09-0093-02

Determination of Ephedrine Hydrochloride in Qutan Pingchuan Capsules by HPLC

LIU Jian-hua¹, LIU Wen-wei¹, GAO Yu-qiong^{1*}, HUO Xin¹, YANG Nai-jia¹, ZHANG Yi-wen²

(1. Guizhou Institute of Biotechnology Research and Development, Guiyang 550002, China;

2. Xiangya School of Medicine Central South University, Changsha 410013, China)

[Abstract] **Objective:** To establish an HPLC method for determination of ephedrine hydrochloride in Qutan Pingchuan Capsules. **Method:** The chromatogram column was Hypersil ODS₂ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), the mobile phase composition was the acetonitrile-potassium dihydrogen phosphate-triethamine-phosphoric (5:95:0.4:0.2), the detection wavelength was at 210 nm. **Result:** The linear range of ephedrine hydrochloride 0.506 6-8.104 0 μg, the average recovery was 95.00% and RSD 1.61% (n=6). **Conclusion:** The method was convenient, quick and accurate. It can be used for the quality control of Qutan Pingchuan Capsules.

[Key words] Qutan Pingchuan capsules; ephedrine hydrochloride; HPLC

祛痰平喘胶囊属中西复方制剂, 在临床上用于咳嗽、咳痰、痰喘, 由桔梗、远志、盐酸麻黄碱组成, 其片剂收载于《国家中成药标准汇编内科肺系(二)分册》^[1], 原标准中盐酸麻黄碱含量测定是采用高碘酸氧化盐酸麻黄碱成苯甲醛, 通过测定苯甲醛而达到测定盐酸麻黄碱含量的目的。祛痰平喘胶囊是改剂品种, 考虑到测定方法的可操作性和重复性, 本方法采用 HPLC 直接测定制剂中盐酸麻黄碱的含量^[2-5], 未见文献报道。

1 仪器与试剂

岛津 LC-2010AHT 型高效液相色谱仪, 依利特 Hypersil ODS₂ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), LIBRORAEI-160 型 1/万电子分析天平, TG332A 型 1/10 万分析天平。盐酸麻黄碱对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 171241-200303), 乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。供试品祛痰平喘胶囊由贵州省科晖制药厂提供。

2 方法和结果

2.1 色谱条件 色谱柱依利特 Hypersil ODS₂ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.01 mol·L⁻¹磷酸二氢钾溶液-三乙胺-磷酸(5:95:0.4:0.2), 检测波长 210 nm, 柱温 30 ℃, 进样量 20 μL, 理论塔板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于 3 000。

2.2 供试品溶液的制备 分别取本品及缺盐酸麻黄碱阴性样品细粉各 0.2 g, 精密称定, 精密加入甲

[收稿日期] 20110119(003)

[第一作者] 刘建华, 研究员, 本科, 研究方向生物技术制药, Tel: 0851-5792246, E-mail: liujianhua58@yahoo.com.cn

[通信作者] *高玉琼, 研究员, 博士, 研究方向药理学, Tel: 0851-5713626, E-mail: gaoyuqiong388@163.com

醇 50 mL, 称定质量, 超声处理 10 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 精密量取滤液 5 mL, 蒸干, 残渣加水 10 mL 超声使溶解完全, 制得样品溶液及阴性样品溶液。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取盐酸麻黄碱对照品适量, 加甲醇制成 $0.1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液, 即得, 见图 1。

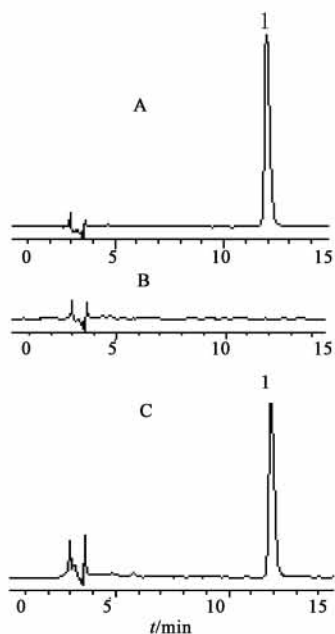


图 1 祛痰平喘样品色谱

A. 对照品; B. 阴性; C. 供试品; 1. 盐酸麻黄碱

2.4 线性关系考察 精密量取不同浓度的盐酸麻黄碱对照品溶液 ($25.33, 50.65, 101.30, 202.60, 405.20 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$) $20 \mu\text{L}$ 注入液相色谱仪, 进行盐酸麻黄碱测定, 以盐酸麻黄碱峰面积 A 对盐酸麻黄碱浓度 C 进行线性回归, 线性回归方程 $A = 48\ 651X + 5\ 196$ ($r = 0.999\ 9$), 盐酸麻黄碱浓度在 $25.33 \sim 405.20 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 峰面积与进样量呈良好线性关系。

2.5 精密度试验 精密量取盐酸麻黄碱对照品溶液 $20 \mu\text{L}$ 注入液相色谱仪, 按 2.1 项下色谱条件重复进样 6 次, 以盐酸麻黄碱的峰面积计算, RSD 0.03%, 表明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 精密称取同批样品 6 份, 按照 2.2 项下方法制备供试品溶液, 照 2.1 项下色谱条件进行测定, 以盐酸麻黄碱的含量计算, RSD 0.98%, 表明方法重复性良好。

2.7 稳定性试验 精密称取样品 1 份, 按照 2.2 项

下方法制备供试品溶液, 照 2.1 项下色谱条件分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进行测定, 以盐酸麻黄碱峰面积计算, 结果表明, 供试品在 10 h 内, RSD 0.33%, 结果表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.8 加样回收率试验 称取已知含量的同批样品 6 份, 分别精密加入盐酸麻黄碱, 按照 2.2 项下方法制备供试品溶液. 照 2.1 项下色谱条件测定, 计算加样回收率, 结果表明, 加样平均回收率为 95.00%, RSD 1.62%。

2.9 样品含量测定 取 3 批祛痰平喘胶囊样品, 按照 2.2 项下方法制备供试品溶液, 照 2.1 项下色谱条件测定. 结果 3 批祛痰平喘胶囊中含盐酸麻黄碱分别为 13.89, 14.68, 15.01 mg/粒。

3 讨论

本试验对多种流动相进行了考察, 根据样品的分离度、保留时间等因素, 确定了盐酸麻黄碱 HPLC 的最佳流动相为乙腈- $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钾溶液-三乙胺-磷酸 (5: 95: 0.4: 0.2)。此外, 对祛痰平喘胶囊样品中盐酸麻黄碱的提取溶剂进行了筛选, 曾采用甲醇、乙醇、酸性甲醇及酸性乙醇作为提取溶剂进行超声提取, 结果甲醇与酸性甲醇提取的样品含量最接近理论值, 考虑到操作的简便性, 采用甲醇作为供试品溶液制备中的提取溶剂. 还对超声时间进行了考察, 结果样品超声 10 min, 盐酸麻黄碱提取完全. 通过对以上试验条件的方法学考察, 结果表明, 采用 HPLC 色谱直接测定祛痰平喘胶囊中的盐酸麻黄碱含量, 方法简便可靠, 重复性好, 可用于该制剂的质量控制。

[参考文献]

- [1] 国家食品药品监督管理局. 国家中成药标准汇编内科肺系分册[S]. 2002:397.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2005:附录 33.
- [3] 王瑞明, 张玲, 倪艳, 等. HPLC 测定苏杏胶囊中盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱的含量[J]. 中成药, 2005, 27(6):651.
- [4] 仇玉, 张青英, 苗现一. HPLC 法测定麻黄浸膏粉中盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱的含量[J]. 农垦医学, 2004, 26(1):3.
- [5] 傅应华, 杜静. RP-HPLC 测定清肺饮口服液盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱的含量[J]. 药物分析杂志, 2006, 26(8):1148.

[责任编辑 蔡仲德]