

HPLC法测定贝参平喘片中盐酸麻黄碱的含量

刘元^{1*}, 宋志钊¹, 莫海涛², 文志云¹, 李星宇¹

(1. 广西中医药研究院, 广西南宁 530022; 2. 南宁市冠峰制药有限公司, 广西南宁 530008)

[摘要] 目的: 建立贝参平喘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, 以 AichromBond 柱(AQ-C₁₈, 4.6 mm × 250 mm, 5 μm)为分离柱, 以乙腈-0.1%磷酸-0.1%三乙胺溶液(3:97)为流动相, 210 nm 为检测波长, 柱温为室温。结果: 盐酸麻黄碱在(0.025~0.25) μg 范围内, 峰面积与其浓度呈良好线性关系($r=0.9996$), 平均回收率为 100.5%, RSD 为 0.74% ($n=5$)。结论: 该方法简便、准确、重复性好, 可作为该制剂含量测定方法。

[关键词] 贝参平喘片; HPLC; 盐酸麻黄碱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)02-0037-02

贝参平喘片是由矮地茶、麻黄、八角茴香、浙贝母、太子参等中药组成, 是由贝参平喘胶囊剂改而来, 胶囊质量标准在《国家中成药标准汇编》内科肾系(二)分册已有收载, 但未见对其制剂中含量测定方面的报道。为了控制其质量, 笔者采用 HPLC 法测定贝参平喘片中盐酸麻黄碱的含量, 结果令人满意。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10ATVP 液相色谱仪; 检测器 SPD-10AVP; 威玛龙色谱工作站。盐酸麻黄碱对照品(批号: 171241-200303), 购于中国药品生物制品检定所。水为高纯水; 乙腈为色谱纯。样品: 贝参平喘片, 恒拓集团广西圣康制药有限公司提供(批号: 050620, 050719, 050720, 050721)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: AichromBond 色谱柱 AQ-C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 检测波长为 210 nm; 流动相: 乙腈-0.1%磷酸溶液(3:97); 流速 1.0 mL · min⁻¹; 柱温为室温, 理论塔板数按盐酸麻黄碱峰计算不低于 3 000。

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 0.1 mol · L⁻¹ 盐酸溶液制成每 1 mL 含

20 μg 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 10 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 取细粉 0.1 g, 精密称定, 置 25 mL 棕色量瓶中, 加 0.1 mol · L⁻¹ 盐酸溶液 20 mL, 超声处理 20 min(功率 80 W, 频率 45 kHz), 放冷, 加 0.1 mol/L 盐酸溶液置刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 按贝参平喘片处方和方法制备缺麻黄的阴性样品, 精密称定 0.1 g, 按供试品溶液制备方法制备缺麻黄阴性样品供试液。

2.5 标准曲线及线性范围考察 精密称取盐酸麻黄碱对照品 10.0 mg, 置 100 mL 量瓶中, 用 0.1 mol · L⁻¹ 盐酸溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成 100 μg · mL⁻¹ 对照品溶液, 备用。分别精密吸取上述对照品溶液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加 0.1 mol · L⁻¹ 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 进样 5 μL, 测定。以对照品进样量为横坐标(X), 峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线, 回归方程为: $Y = 1.23 \times 10^6 X + 1.43 \times 10^3$, $r = 0.9996$ 。

2.6 精密度试验 分别吸取同一供试品溶液, 进样 5 次, 依次测定, 即得。测得供试品 RSD% 为 1.43。

2.7 重复性试验 取同一批号(050620)样品, 按供试品溶液制备方法制备 6 份, 分别进样, 测定, 即得。结果测得盐酸麻黄碱含量为 2.02 mg/片, RSD(%) = 1.11 ($n=6$)。表明该方法重复性良好。

2.8 稳定性试验 取同一供试品溶液分别于 0, 4,

[收稿日期] 2009-04-20

[通讯作者] * 刘元, Tel: (0771) 5868275; E-mail: liuyuan0821@vip.163.com

8, 12, 16, 20 h 进行测定, 即得。结果供试品中盐酸麻黄碱含量的 RSD% 为 1.78, 表明供试品溶液在 20 h 内保持稳定。

2.9 加样回收试验 取已测知含量(批号: 050620, 2.02 mg/片)的供试品 5 份, 每份 0.05 g, 加入 400 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 盐酸麻黄碱对照品溶液(精密称取盐酸麻黄碱对照品 10.0 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加 0.1 mol \cdot L $^{-1}$ 盐酸溶液至刻度, 摇匀, 即得) 0.6 mL。按供试液制备项下方法进行提取, 测定, 结果盐酸麻黄碱平均回收率为 100.5%, RSD% 为 0.74 ($n=5$), 结果见表 1。

表 1 加样回收试验 ($n=5$)

序 号	取样量 (g)	样品中含量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.050 5	244.3	240	484.8	100.2		
2	0.051 2	246.8	240	490.5	101.6		
3	0.051 5	247.5	240	489.4	100.8	100.5	0.74
4	0.050 6	250.0	240	489.1	99.6		
5	0.050 2	243.7	240	484.4	100.3		

2.10 阴性对照实验 按贝参平喘片处方和方法制备缺麻黄的阴性样品, 精密称取 0.1 g, 按供试品溶液制备方法制备缺麻黄提取物阴性样品供试液, 测定。阴性样品溶液在盐酸麻黄碱峰位置无吸收峰出现, 即阴性无干扰, 进一步说明盐酸麻黄碱来源于麻黄。

2.11 样品测定 按供试液的制备及检测方法, 分别测定 3 个批号的样品, 结果盐酸麻黄碱含量 (mg/片) 为 1.74, 1.64, 1.67。

3 讨论

本方中麻黄具有发汗散寒, 宣肺平喘, 利水消肿之功效, 其盐酸麻黄碱成分, 为本方中有效成分之

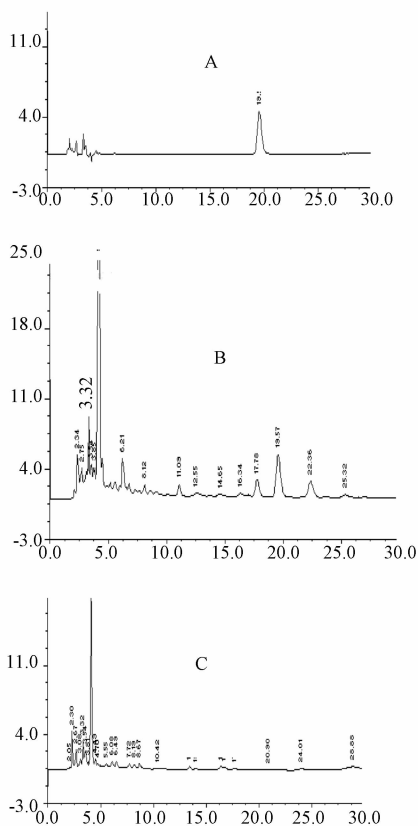


图 1 贝参平喘片高效液相色谱图(横坐标: min; 纵坐标: mV)

A. 盐酸麻黄碱对照品 B. 贝参平喘片样品 C. 阴性对照

一, 在原胶囊质量控制标准中并无任何的含量测定方法和指标, 而且也未见对其制剂中含量测定方面的有关报道。目前国内对麻黄的盐酸麻黄碱成分的研究比较透彻, 含量测定方法较成熟。在 2005 年版《中国药典》一部中也收录了麻黄的含量测定方法, 因而采用专属性强, 灵敏度高的高效液相色谱法测定麻黄中指标性成分盐酸麻黄碱的含量, 可作为本品质量控制的指标之一。

从实验结果看, 本分析方法精密度高, 准确度、重复性都比较好, 并且操作简便、快捷, 而原质量控制标准中并无任何含量控制方法和指标, 增加本含量测定方法可更好地控制产品质量。