

HPLC 法测定骨刺消痛液中麻黄碱的含量

吕白棉, 张立萍, 王育红, 李 锦
(北京同仁堂股份有限公司, 北京 100062)

摘要: 采用 HPLC 法测定骨刺消痛液中麻黄碱含量, 在 C-18 反相柱以乙腈-水-磷酸-三乙胺为流动相, 用外标法测定麻黄碱含量, 结果在 0~ 1.8775mg 范围内与色谱峰面积呈线性关系, 加样回收率为 100.09%, $RSD\% = 0.35$ 。该法可靠、专属性强、灵敏度高。

关键词: 高效液相色谱法; 骨刺消痛液; 麻黄碱

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** D **文章编号:** 1005-9903(2002)05-0016-02

骨刺消痛液是常用中药, 由乌梅、川芎、独活、桂枝、当归、麻黄等 10 余种中药材制成。麻黄碱是麻黄中的重要成分, 通过测定骨刺消痛液中麻黄碱的含量, 可以作为控制产品质量的一个重要指标。2000 年版药典收录的麻黄药材含量测定方法为滴定法测定总生物碱, 含麻黄药材的制剂用 HPLC 法及薄层扫描法测定麻黄碱^[1-3], 本文采用 HPLC 法测定制剂中麻黄碱的含量, 测定方法灵敏、专属、可靠。

1 仪器、试剂与样品

1.1 仪器 日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, SIL-10A 自动进样器, SPD-M10A 二极管阵列检测器, CTO-10A 柱箱, CBM-10A 数据处理机。

1.2 试剂与样品 乙腈: 色谱纯, 磷酸、三乙胺: 分析纯。盐酸麻黄碱对照品, 由中国药品生物制品检定所提供(批号: 0714-9903, 纯度为 99.96%)。样品骨刺消痛液由北京同仁堂股份有限公司同仁堂药酒厂生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Diamonsil 钻石 C-18 反相色谱柱, 5 μ m 250 × 4.6mm, 流速: 1ml/min, 柱温: 40℃, 检测波长: 210nm, 流动相: 乙腈-水-磷酸-三乙胺(3:97:0.001:0.002)(V/V)。

2.2 供试品溶液的制备 精密量取本品 50ml, 挥干, 加石油醚(60℃~90℃) 50ml, 50℃温浸 30min。加入 1% 盐酸溶液 25ml, 充分振摇后放置过夜。分取水层, 转移至分液漏斗中, 加乙醚 10ml 振摇, 乙醚液分出, 加 1% 盐酸溶液 10ml 洗涤。弃去乙醚液, 洗液与酸水液合并, 加浓氨水调 pH 值 10 左右。加乙

醚振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并乙醚提取液, 低温挥干。残渣加 1% 盐酸乙醇溶液溶解并定量转移至 5ml 量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 线性关系的测定

2.3.1 精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液(麻黄碱浓度: 0.1598mg/ml) 2、4、6、8、10 μ l, 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积值, 以峰面积积分值为纵坐标, 盐酸麻黄碱含量为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $y = 1625913X + 60721.7$, $r = 0.9999$, 结果表明麻黄碱在 0.3196~ 1.5980mg 范围内具有良好的线性关系。

2.3.2 空白对照溶液制备与测定 按处方比例及工艺制成除去麻黄药材的空白样品, 按供试品溶液制备法制成阴性对照液, 测定, 结果表明处方中其他药材不干扰麻黄碱的测定。

2.4 仪器精密度和方法重现性

2.4.1 精密度 取盐酸麻黄碱对照品溶液, 连续进样 5 次, 进样量相同, 按上述色谱条件测定吸收峰峰面积积分值, 峰面积积分值基本稳定, RSD 为 1.76%。

2.4.2 稳定性试验 取样品溶液, 按样品测定方法, 每隔 1h 进样 5 μ l, 连续进样 5 次, 计算同一批样品, 相同进样量 5h 内峰面积积分值的变异系数。结果表明在 5h 内麻黄碱的峰面积积分值均基本稳定, $RSD\%$ 为 1.88。

2.4.3 重现性 依法取同一样品, 按样品测定方法项下, 进行 5 次平行试验, 结果表明本方法重现性较好, $RSD\%$ 为 2.34。

2.5 加样回收 按样品测定方法项下, 精密量取已知含量的样品 25.00ml, 分别添加一定量的盐酸麻黄碱对照品, 按上述色谱条件测定, 计算回收率, 结果

表明本法具有良好的回收率, $RSD\%$ 为 0.35, 结果见表 1。

表 1 麻黄碱回收率测定结果

序号	样品中含 麻黄碱量 (mg)	添加麻 黄碱量 (mg)	测出麻 黄碱量 (mg)	回收率 %	平均 回收率 %	RSD %
1	0.4765	0.6165	1.077	97.5		
2	0.4765	0.6165	1.097	100.6		
3	0.4765	0.6165	1.091	99.7	100.1	0.35
4	0.4765	0.6165	1.095	100.3		
5	0.4765	0.6165	1.107	102.3		

2.6 样品测定 精密吸取对照品溶液与供试品溶液 5 μ l, 按上述色谱条件测定, 以外标法计算麻黄碱含量, 三批样品中麻黄碱含量为 0.0239、0.0243、0.0231(mg/ml)。

3 讨论

骨刺消痛液在临床用于治疗骨质增生引起的肿胀、麻木、疼痛、活动受限等症, 麻黄碱是可测定的重要成分之一。采用高效液相色谱法测定样品中麻黄碱的含量, 具有简便、快速、准确、专属的特点, 适合于含有麻黄碱的复方制剂, 以此作为产品质量控制的重要依据。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 262, 518, 589.
- [2] 阴健, 郭力弓. 中药现代研究与临床应用[M]. 北京: 学苑出版社, 1995. 615.
- [3] 王宝葵. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994. 194.