

HPLC 法测定小儿咳喘灵口服液中盐酸麻黄碱的含量

★ 何南生 曾宪仪 徐雪红 (江西省药物研究所天然药物研究室 南昌 330029)

摘要:目的:探讨高效液相法(HPLC)在小儿咳喘灵口服液中盐酸麻黄碱含量测定中的运用;方法:采用 Hypersil BDS C₁₈ 柱(5 μm, 4.6 mm×200 mm),用甲醇-0.01 mol·L⁻¹磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.5, 20:80)为流动相,检测波长为 210 nm。结果:盐酸麻黄碱在 0.472 6~3.780 8 μg 范围内与峰面积有良好线性关系,回归方程为 $Y = -38\,383.278\,2 + 1.922 \times 10^6 X$, $r = 0.999\,9$ ($n = 5$);平均回收率为 100.14%, RSD 为 2.22% ($n = 6$)。结论:HPLC 用于测定小儿咳喘灵口服液中盐酸麻黄碱的含量,操作简便快速,专属性强,误差小,重现性好。

关键词:高效液相法;小儿咳喘灵口服液;盐酸麻黄碱;含量测定

中图分类号:TQ 460.7+2 **文献标识码:**A

小儿咳喘灵口服液主要是由麻黄、金银花、苦杏仁等 7 味中药组成的复方制剂,具有宣肺清热、止咳、祛痰、平喘等功效,临床用于上呼吸道感染、气管炎、肺炎、咳嗽等疾病的治疗。盐酸麻黄碱是麻黄的主要有效成分之一,它的含量是评价小儿咳喘灵口服液质量的一项重要指标。已报道的麻黄碱类成分的测定方法有比色法、薄层扫描法、紫外分光光度法、高效液相色谱法和等速电泳法等^[1~6]。药典收载的麻黄含量测定方法采用酸碱滴定法,操作繁琐,误差大。本实验采用 HPLC 测定小儿咳喘灵口服液中盐酸麻黄碱含量。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:大连依利特分析仪器有限公司, P200 II 高压恒流泵, UV200 II 紫外可变波长检测器, 千谱 HW 色谱工作站。UV-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司)。

甲醇为色谱纯,磷酸二氢钾为化学纯,其余试剂均为分析纯(上海化学试剂公司),重蒸水(自制),盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0714-9903),小儿咳喘灵口服液(由江西汇仁药业有限公司提供)。

2 方法和结果

2.1 检测波长的选择 以甲醇配制一定浓度的盐酸麻黄碱溶液,用紫外分光光度计扫描。盐酸麻黄碱在 210 nm 处出现最大吸收。由于甲醇在 206 nm 处仍有较强吸收,为了减小流动相的紫外吸收对测定结果的影响,确定检测波长为 210 nm。

2.2 色谱条件 色谱柱:Hypersil BDS C₁₈ 5 μm, 4.6 mm×200 mm;流动相:甲醇-0.01 mol·L⁻¹磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.5, 20:80);流速 0.8 mL/min;检测波长 210 nm;温度 25 ℃。在选定的色谱条件下,盐酸麻黄碱对照品在 8.4 分钟处有一很好的色谱峰;小儿咳喘灵口服液中的盐酸麻黄碱的保留时间为 8.38 分钟,可与样品中其他组份分开,18 分钟可完成一次测定。阴性实验显示无干扰。

2.3 标准曲线的绘制 精密称取盐酸麻黄碱对照品 2.363 mg 至 10 mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,得 0.2363 mg/mL 的对照品溶液。从中分别精密吸取 2、4、8、12、16 μL 注入色谱仪,测定其峰面积,以盐酸麻黄碱进样量为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,结果盐酸麻黄碱在 0.472 6~3.780 8 μg 范围内与峰面积有良好线性关系,回归方程为 $Y = -38\,383.278\,2 + 1.922 \times 10^6 X$, $r = 0.999\,9$ ($n = 5$)。

2.4 供试品溶液的制备 精密量取本品 50 mL,置烧杯中,用 0.5 mol·L⁻¹NaOH 溶液调 pH 至 12,转移至分液漏斗中,用乙醚振摇提取 5 次,每次 20 mL,合并乙醚液,置已盛有 0.01 mol·L⁻¹KH₂PO₄ 缓冲液(磷酸调 pH 至 2.5)5 mL 的蒸发皿中,挥干乙醚后,加流动相溶解,转移至 25 mL 量瓶中,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,即得。

2.5 对照品溶液的制备 精密称取盐酸麻黄碱对照品适量,加流动相制成每 1 mL 含盐酸麻黄碱约

维C银翘片中绿原酸含量限度的制定与探讨

★ 杨建冬 李存金 (江西省宜春市食品药品检验所 宜春 336000)

★ 陈厚平 (江西省宜春市第五人民医院 宜春 336000)

★ 陈卫东 (江西省宜春学院 宜春 336000)

★ 郭飞宇 (江西省宜春市职业技术学院 宜春 336000)

关键词:维C银翘片;绿原酸;质量标准

中图分类号:TQ 460.7⁺2 文献标识码:A

维C银翘片收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第20册,是由金银花、连翘、荆芥、维生素C等13味中西药组成的复方制剂。具有辛凉解表、清热解毒之功效。临床用于流行性感引起的发热、头痛、咳嗽、口干咽喉疼痛等症。金银花在处方中属君药,其主要有效成分绿原酸具有抗菌消炎的功效。原标准及修订标准中仅有金银花中绿原酸的薄层定

0.2 mg的溶液,即得。

2.6 精密度试验 取0.236 3 mg/mL的盐酸麻黄碱对照品溶液,重复进样6次,测定峰面积,计算得其RSD为0.80%。

2.7 稳定性试验 取盐酸麻黄碱对照品溶液放置24小时,测定,结果对盐酸麻黄碱含量无影响,RSD为1.06%。

2.8 重现性试验 对同一批样品分别量取6份,按照供试品溶液制备方法操作,测定,计算得盐酸麻黄碱的平均含量为0.541 mg/支,RSD为1.79%。

2.9 回收率试验 精密移取小儿咳喘灵口服液25 mL,取6份,分别加入盐酸麻黄碱对照品溶液25 mL,按供试品溶液制备方法操作,测定,结果平均回收率为100.14%,RSD为1.22%(n=6)。

2.10 样品的含量测定 分别量取不同批号样品,分别按供试品溶液制备方法制备,分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μ L,进行分析,计算小儿咳喘灵口服液中盐酸麻黄碱的含量,结果小儿咳喘灵口服液040401,040404,040407三个批号中盐酸麻黄碱的含量分别为0.356,0.336,0.355 mg/支(n=2)。

3 讨论

实验过程中,曾选用甲醇-0.01 mol·L⁻¹磷酸二

性鉴别,无绿原酸含量测定和限度的控制。为进一步提高产品质量、增加对其质量的可控性。本文对维C银翘片中金银花的主要成分绿原酸含量限度进行了探讨性研究。为可控性提供了实验依据。

1 仪器与试剂

惠普HP1100型液相色谱仪;浙江大学智能信息工程研究所N2000色谱工作站。

氢钾溶液(用磷酸调节pH值至2.5,10:90),乙腈-0.1%磷酸(9:87)为流动相及把缓冲液pH调为2.4,2.2,因其色谱峰分离效果不好且出峰时间较晚而未采用。经摸索确定甲醇-0.01 mol·L⁻¹磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至2.5,20:80)为流动相,能使色谱峰得到较好分离,且保留时间适宜。

实验中,考察了样品萃取次数,最后确定用乙醚萃取5次,可萃取完全。

麻黄碱具有挥发性,在乙醚提取液中先加KH₂PO₄溶液,可使麻黄碱成磷酸盐而不被挥发,用此法测定含量,结果准确而且样品比较稳定。

参考文献

- [1]茹建华.双波长等吸收分光光度法测定氯麻灌洗液中盐酸麻黄碱的含量[J].海峡药学,2004,16(1):54~55
- [2]吴新荣等.薄层扫描法测定盐酸麻黄碱合剂中盐酸麻黄碱含量[J].中国医院药学杂志,1998,18(1):22~24
- [3]陈叶琴等.紫外分光光度法测定咳嗽合剂中盐酸麻黄碱的含量[J].江苏药学与临床研究,2004,12(2):18~19
- [4]马林丽等.离子对比色法测定小青龙胶囊中盐酸麻黄碱的含量[J].广西医科大学学报,2001,18(5):699~700
- [5]许广英等.高效液相色谱法测定盐酸麻黄碱滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量[J].中国药事,2003,17(2):120~121
- [6]李发美等.用毛细管电泳法测定喘咳宁片中盐酸麻黄碱和巴比妥的含量[J].沈阳药科大学学报,2000,17(2):125~128

(收稿日期:2006-01-05)