

HPLC 测定小青龙颗粒中麻黄碱的含量

★ 胡仁胜 席仲洪 (雅柏药业(中国)有限公司 中山 528437)

★ 帅银花 (中山市中智药业集团有限公司 中山 528437)

★ 帅金花 (江西省监狱局中心医院 南昌 330100)

关键词:麻黄碱;小青龙颗粒;高效液相色谱法

中图分类号:TQ 460.7⁺² **文献标识码:**B

小青龙颗粒载于《中华人民共和国药典》(2000 年版一部),功能为疏风散寒,解表化饮。用于风寒感冒,头痛发热,恶寒身痛,鼻流清涕,喘咳痰稀等。由麻黄、桂枝、白芍、干姜、细辛、甘草、法半夏、五味子组成。麻黄功能发汗散寒,宣肺平喘,利水消肿,且为方中君药。麻黄质量的优劣,能直接影响制剂的临床疗效。因此,拟对制剂中麻黄碱的含量进行测定,以保证制剂的疗效。经文献查阅,也未发现有小青龙颗粒中麻黄碱含量测定的报道。

1 仪器与药品

HP-1100 高效液相色谱仪(美国:包括 1332A 在线脱气机、G1211A 四元梯度泵、G1315A 二极管阵列检测器、HP 化学工作站),SimplicityTM 型超纯水系统(Millipore 公司)。盐酸麻黄碱(含量测定用,批号:0714-9903,中国药品生物制品检定所),甲醇为色谱纯,其他试剂为分析纯。

小青龙颗粒(自制),批号:051101、051102、051103、0051104、051105。

2 色谱条件

色谱柱:Diamonsil C₁₈(4.6 mm×250 mm),流动相:甲醇-水(50:50),检测波长 254 nm,盐酸麻黄碱经衍生后,峰形对称性好,且保留时间适中。在此条件下对照品、供试品在约 6 分钟相同时间有一色峰,阴性无干扰。

3 方法学实验

3.1 线性关系的考察 精密称取在五氧化二磷减压干燥器中干燥 36 小时的盐酸麻黄碱对照品 12.5 mg,置 100 mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量适量,分别加水稀释成以下浓度:5.116、7.674、10.232、12.79、25.58、51.16、127.9 μg/mL;再分别精密量取 10 mL,置 25 mL 量瓶中,加入高碘酸溶液(0.25 g→10 mL)1 mL、0.25 mol/L 氢氧化钠溶液 2.5 mL,摇匀,放置 30 分钟,用 0.5 mol/L 盐酸溶液调节 pH 至中性,加甲醇至刻度,摇匀,即得浓度分别为:2.046、3.070、4.093、5.116、10.232、20.464、51.16 μg/mL 的对照品溶液。分别吸取 10 μL,注入液相色谱仪中,按上述色谱条件测定,将样品浓度与峰面积进行回归处理,回归方程为: $Y=15.56X+0.66$, $r=0.9999$ ($n=7$),盐酸麻黄碱对照品在 2.046~51.16 μg/mL 范围内样品浓度与峰面积呈良好的线性关系。

3.2 精密度试验 采用蒸馏法^[1],取本品适量研细,取 2 g,精密称定,加 5 mol/L 氢氧化钠溶液 120 mL,摇匀,加氯化钠 7.5 g,蒸馏,用预先盛有 0.5 mol/L 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,照对照品溶液的制备项下的方法,自“加入高碘酸溶液”起,依法操作,即得。精密吸取供试品溶液 10 μL,按上述色谱条件,重复进样 6 次,测定供试品溶液中盐酸麻黄碱峰面积值,结果 RSD 为 1.58%。

3.3 稳定性试验 取供试品溶液,精密吸取供试品溶液 10 μL,按上述色谱条件,每隔半小时或 1 小时,测定供试品溶液中盐酸麻黄碱峰面积值,共测定 6 小时,结果 RSD 为 1.19%。

3.4 重复性试验 取同一批次样品,共 6 份,照精密度试验项下的方法制备供试品溶液,按上述色谱条件进行测定,计算含量,结果 RSD 为 2.30%。

3.5 加样回收率试验 取本品适量研细,分别精密称取约 1 g,共 5 份,各精密加入盐酸麻黄碱对照品(0.4176 mg/mL)2 mL,余同精密度试验项下的方法操作,制备供试品液。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪,测定,计算回收率,结果平均回收率 97.03%,RSD=2.22%。

4 样品的测定

取 5 个不同批次样品适量,按“3.2 精密度试验”下方法测定,结果见表 1。

表 1 小青龙颗粒中盐酸麻黄碱含量($n=2$)

批号	盐酸麻黄碱含量/mg·袋 ⁻¹
051101	9.07
051102	8.54
051103	7.64
051104	8.01
051105	7.96

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,2005,346

(收稿日期:2006-11-13)