

反相高效液相色谱法测定寒咳颗粒中盐酸麻黄碱的含量

★ 陈杰 (江西中医学院中药系 南昌 330006)
★ 李诒光 (江中药业股份有限公司 南昌 330077)
★ 王超群 (江西中医学院 2003 级硕士研究生 南昌 330006)

关键词:盐酸麻黄碱;含量测定;反相高效液相色谱法

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Waters600 高效液相色谱仪(Waters486 紫外检测器);超声波清洗器(SK5200H 型,上海科导超声仪器有限公司);UV-1206 紫外分光光度计(日本岛津制作所)。

1.2 试剂 盐酸麻黄碱对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 9903,含量测定用);甲醇、乙腈为色谱纯,水为重蒸水,十二烷基硫酸钠为化学纯,其它试剂均为分析纯;寒咳颗粒(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱分离条件 色谱柱:Nova-pak C₁₈(3.9 mm×150 mm,5 μm);流动相:甲醇-0.1%磷酸-十二烷基硫酸钠(250 mL:250 mL:0.5 g);柱温:30℃,流速:1 mL/min;检测波长:212 nm,该波长下盐酸麻黄碱在流动相中有最大吸收。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于 3 000。

2.2 对照品溶液的制备 取盐酸麻黄碱对照品(105℃干燥 6 小时)适量,加甲醇制成每 1 mL 含盐酸麻黄碱 80 μg 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品适量,研细。取细粉 1 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加氨水 3 mL 充分润湿,加丙酮 40 mL,超声处理 45 分钟(59kHz,200W),滤过,用少量丙酮洗涤器皿,合并,常温挥尽丙酮。残渣加甲醇溶解,转移至 25 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.4 线性关系考察 精密量取盐酸麻黄碱对照品溶液(1.725 mg/mL)0.25、0.5、1、2、3 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。精密吸取 5 μL,注入液相色谱仪中,测定盐酸麻黄碱峰面积。以进样量(m)为横坐标,峰面积(A)为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程: $A = 34876.77m + 147017.1$, $r = 0.9997$,盐酸麻黄碱在 43.125~517.5 ng 范围呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液(138 μg/mL),重复进样 5 次,每次 5 μL,注入液相色谱仪,测定盐酸麻黄碱的峰面积, $RSD = 0.82\%$ ($n = 5$)。

2.6 稳定性试验 取本品同一供试品溶液,每隔 1 小时进样 5 μL,测定盐酸麻黄碱峰面积值,结果其 $RSD = 0.24\%$ (n

$= 5$),表明供试品溶液在 5 小时内稳定性良好。

2.7 重现性试验 取同批样品(批号 0208001)粉末 5 份,分别照“2.3”项方法制备,进样 5 μL,测定样品中盐酸麻黄碱的含量, $RSD = 1.28\%$ ($n = 5$),表明本方法重现性良好。

2.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品(批号 0208001)粉末约 0.5 g,分别精密加入一定量的盐酸麻黄碱对照品,照“2.3”项方法制备,测定盐酸麻黄碱的含量,计算回收率,结果平均回收率为 98.59%, $RSD = 1.40\%$ ($n = 5$),表明本方法回收率良好。

2.9 空白干扰试验 按寒咳颗粒处方,制备不含麻黄的空白模拟样品,照“2.3”项下方法制备阴性对照品溶液,精密吸取 5 μL,注入液相色谱仪,结果阴性对照品在盐酸麻黄碱峰处无干扰。

2.10 样品含量测定 取不同批号样品,照“2.3”项方法制备,分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μL,注入液相色谱仪,测定并计算样品中盐酸麻黄碱的含量,结果见表 1。

表 1 寒咳颗粒中盐酸麻黄碱的含量测定($n = 3$)

批号	平均含量/mg·袋 ⁻¹	RSD(%)
0208001	12.4	0.57
0208002	12.0	1.93
0208003	11.9	1.78
0309001	10.9	1.59
0309002	11.2	0.63

3 讨论

(1)曾以水溶碱化加氯仿萃取法和氨水碱化氯仿回流提取法制备供试品溶液,但氯仿中的少量水分影响滤过,致使含量测定的回收率和重现性、准确性不理想,采用氨水碱化丙酮提取法,效果较好。

(2)文献中麻黄碱的含量测定通常采用薄层扫描法,操作费时,重现性差。本文采用反相高效液相色谱法测定寒咳颗粒中盐酸麻黄碱的含量,方法简便快速、灵敏准确且重现性良好,可作为该制剂的含量控制方法。

(收稿日期:2005-02-24)