

基线分离。采用本文方法,盐酸异丙嗪峰无拖尾现象,氯氮草与相邻峰能基线分离,见图 1 - C。

参考文献:

[1] JIN Bao-Feng(靳宝峰), WEN Li-Ping(温丽萍), LIU Wei(刘

伟). HPLC determination of three component in compound Jiang Ya tablets (HPLC 测定复方降压片的研究)[J]. China J Pharm Anal in chinese(药物分析杂志), 1994, 14(2): 32(in chinese).

收稿日期: 2003 - 10 - 28

HPLC 测定克感滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量

刘梅娟¹, 娄平² (1. 临沂市妇幼保健医院, 山东 临沂 276003; 2. 临沂市药品检验所)

摘要 目的:建立 HPLC 测定克感滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量。**方法:**采用 ODS 柱,以 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液 - 乙腈(45 : 55)为流动相;检测波长为 215nm;流速为 1.0mL/min。**结果:**线性范围为 40 ~ 96μg/mL, 平均回收率为 96.1% ,RSD = 1.2% (n = 5)。**结论:**本法简便、快速、准确,可用于本制剂质量控制。

关键词 HPLC; 盐酸麻黄碱; 含量

中图分类号: R917 文献标识号: A 文章编号: 1006 - 0111(2003)06 - 0369 - 02

Determination of ephedrine hydrochloride in kegan nasal drops by HPLC

LIU Mei-juan¹, LOU Ping², (1. Linyi hospital for heath protection of woman and child, Linyi 276003, China; 2. Linyi Institute for Drug Control.)

ABSTRACT OBJECTIVE: To develop a method for the determination of ephedrine hydrochloride in kegan nasal drops by HPLC. **METHODS:** The chromatographic condition included ODS column and the mobile phase consisting of 0.01mol/L KH₂PO₄ solution - acetonitrile(40 : 60). The detection wavelength was at 215nm, flow rate at 1.0mL/min. **RESULTS:** The calibration curve was linear over the rage of 40 ~ 96μg/mL. The average recovery was 96.1%. The method precision(RSD%) was 1.2% (n = 5). **CONCLUSION:** The method was convenient and accurate for the quality control of the preparation.

KEY WORDS HPLC; ephedrine hydrochloride; content

克感滴鼻液是我市中医院研制生产的纯中药制剂,由麻黄、川芎、薄荷、柴胡等多味中药材经科学组方,用现代技术提取精制而成。具有组方科学、工艺先进和疗效显著的特点。临床用于治疗上呼吸道引起的病毒感染等,毒副作用小。本文建立了 RP - HPLC 测定该制剂中盐酸麻黄碱含量的方法,准确度高,灵敏,操作方便,为保证其制剂质量提供了可靠的依据。

1 仪器与试药

美国 SP8800 型高效液相色谱仪, SP100 型紫外 - 可见检测器。N2000 色谱工作站(浙江大学智能信息工程研究所)。盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所),乙腈为色谱纯,磷酸二氢钾为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: HypersiLBDS(250mm × 4.6mm, 5μm); 流动相: 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液 - 乙腈(45 : 55); 流速: 1.0mL/min; 检测波长: 215nm; 柱温: 40℃; 进样量: 10 μL。

3 测定方法与结果

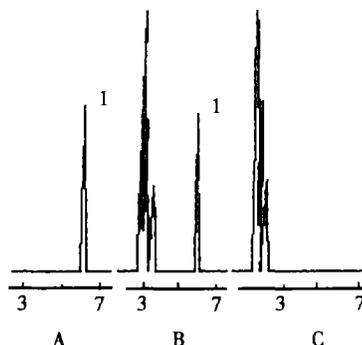


图 1 色谱图

A - 对照品 B - 样品 C - 阴性试验 1 - 盐酸麻黄碱

3.1 线性关系 精密称取盐酸麻黄碱对照品 40mg 置 100mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀(作对照品贮备液)。分别精密吸取 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, mL 置 25mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,进样 10 L,按上述色谱条件测定峰面积,以浓度 C 对峰面积平均值 A 求出盐酸麻黄碱线性回归方程为 $C = 6.52 \times 10^{-5}A - 7.85$ $r = 0.9998$ 在 40.0 ~ 96.0 $\mu\text{g/mL}$ 之间呈良好线性关系。

3.2 精密度试验 精密吸取盐酸麻黄碱对照品贮备液 3mL,置 25 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀按上述色谱条件进样 10 μL 测定峰面积,重复 6

次, $RSD = 0.89\%$ 。

3.3 重复性试验 按样品测定方法操作,用本方法对同一批克感滴鼻液进行含量测定,计算得 6.8mg/mL, $RSD = 0.94\%$ ($n = 6$)。

3.4 阴性干扰试验 取缺盐酸麻黄碱的阴性对照样品,按本法进行测定,结果在其色谱图中,在盐酸麻黄碱峰位无色谱峰出现。

3.5 回收率试验 精密吸取已知含量的克感滴鼻液 10mL 5 份,分别精密加入 0.2、0.3、0.4、0.5、1mL 含盐酸麻黄碱 0.87 mg/mL 的甲醇溶液,按样品测定方法项下操作。结果见表 1。

表 1 加样回收率实验结果 ($n = 5$)

Tab 1 Result of recovery for added hesperidin ($n = 5$)

| 序号 | 样品量 (mg) | 加入量 (mg) | 测得量 (mg) | 回收率 (%) | 平均回收率 (%) | RSD (%) |
|----|----------|----------|----------|---------|-----------|---------|
| 1 | 4.26 | 0.174 | 4.43 | 97.7 | | |
| 2 | 5.43 | 0.261 | 5.68 | 95.8 | | |
| 3 | 4.17 | 0.348 | 4.50 | 94.8 | 96.1 | 1.2 |
| 4 | 4.93 | 0.435 | 5.35 | 96.6 | | |
| 5 | 5.38 | 0.870 | 6.21 | 95.4 | | |

3.6 样品测定

3.6.1 对照品溶液的制备 精密称取盐酸麻黄碱对照品约 40mg,置 100mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。精密吸取 3mL 至 25mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得。

3.6.2 供试品溶液的制备 精密吸取样品 10 mL 置 100mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀。精密吸取 3mL 置 25mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,过 0.45 μm 膜即得。

3.6.3 测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液 10 μL ,注入液相色谱仪中,按上述色谱条件测定,用外标法计算样品中盐酸麻黄碱的含量,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

Tab 2 Determination of samples

| 批号 | 测得含量 (mg/mL) | RSD (%) |
|--------|--------------|-------------|
| 020312 | 5.38 | ($n = 6$) |
| 020529 | 4.26 | ($n = 5$) |
| 020718 | 5.43 | ($n = 5$) |
| 020719 | 4.17 | ($n = 5$) |
| 020915 | 4.93 | ($n = 5$) |

4 讨论

4.1 盐酸麻黄碱文献报道的测定方法有旋光法^[1]

计算分光光度法^[2~4]及高效液相色谱法^[5],本试验采用 HPLC 法,曾选用甲醇-磷酸二氢钾为体系进行配比,均不能使盐酸麻黄碱峰与其它组份完全分离,或保留时间不能适中,系统不稳定。改用 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈为流动相,中药复方成份中的盐酸麻黄碱取得良好分离,测定结果满意。

4.2 实验表明 HPLC 测定克感滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量,操作简单、快速、结果准确、稳定性和重现性较好,为该制剂的质量控制提供了可靠的方法依据。

参考文献:

- [1] 刘伦,徐秀丽,付兆敏. 氯麻滴鼻液中盐酸麻黄素的旋光测定法[J]. 泰山医学院学报,1998,19(1):23.
- [2] 徐必佳. 双波长分光光度法测定氯麻滴鼻液中盐酸麻黄素的含量[J]. 广东药学院学报,1999,15,(2):126.
- [3] 张广求. 多波长吸收度比值法测定氯麻滴鼻液的含量[J]. 西北药学杂志,1995,10(6):245.
- [4] 杨旭,吴正红,付宝玉. 吸收度线性组合分光光度法测定氯麻滴鼻液的含量[J]. 安徽医科大学学报,1994,29(2):149.
- [5] 李小燕. 高效液相色谱法测定氯麻滴鼻液中二组分含量[J]. 药物分析杂志,2002,22(5):404.

收稿日期:2003-10-28