

# HPLC法测定咳欣康片中盐酸麻黄碱的含量

董海荣<sup>1</sup>, 许松林<sup>2</sup>, 李君<sup>1</sup>, 郑艳春<sup>1</sup>, 李忠思<sup>1\*</sup>

(1. 承德颈复康药业集团有限公司, 承德 067000 2. 天津大学化工学院, 天津 300072)

咳欣康片是由麻黄、黄芩等药味制成的中药制剂, 具有降气平喘、清肺化痰之功效, 临床上用于肺热咳嗽及气管炎。麻黄为方中君药, 麻黄中麻黄碱具有解热、抗病毒、松弛支气管平滑肌等作用<sup>[1]</sup>, 是麻黄中的主要活性成分, 通过测定咳欣康片中盐酸麻黄碱的含量, 可以作为控制该产品质量的一个重要指标。文献已报道的麻黄碱含量测定方法有薄层扫描法<sup>[2]</sup>、气相色谱法<sup>[3]</sup>、高效液相色谱法<sup>[4]</sup>等。本实验采用 HPLC法测定咳欣康片中麻黄碱的含量, 操作方便, 结果准确、可靠。

## 1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 型高效液相色谱仪 (岛津 LC-10AT 泵, SPD-M10A 二极管阵列检测器, CLASS-LC10 色谱工作站); CX-500 型超声波发生器 (北京市医疗设备二厂); 盐酸麻黄碱 (中国药品生物制品检定所提供, 批号: 1241-200102), 咳欣康片 (承德颈复康药业集团有限公司), 乙腈为色谱纯, 水为二次蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: 岛津 Shim-pack V P-ODS 柱 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 带有前置保护柱进行分离; 检测波长: 210 nm; 流动相: 乙腈-磷酸-三乙胺-水 (3: 0.1: 0.1: 97); 体积流量: 1 mL/min; 柱温: 室温。

2.2 对照品溶液制备: 取麻黄碱对照品适量, 精密称定, 加 50% 甲醇制成 0.12 mg/mL 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品 20 片, 除去包衣, 研细, 称取约 1.5 g (约相当于 5 片的质量), 置具塞锥形瓶中, 精密加入氯仿 50 mL 和浓氨试液 3 mL, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用氯仿补足缺失的质量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 25 mL, 用 0.05 mol/L 盐酸溶液振摇提取 2 次 (30-30 mL), 合并盐酸萃取液, 用浓氨试液调节 pH 值至 11, 加入氯化钠 3 g, 搅拌使溶解, 用乙醚振摇提取 3 次 (25-25 mL), 合并乙醚液, 加入 1% 盐酸甲醇溶液 8 mL, 搅拌均匀后水浴蒸干, 残渣加 50% 甲醇使溶解, 转

移至 5 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

2.4 空白溶液的制备: 按处方比例及制备方法, 制备不含麻黄药材的阴性样品, 并按供试品溶液的制备方法制备空白溶液。此条件下经麻黄碱空白对照试验, 证明除麻黄外其他药材不干扰麻黄碱的测定, 并且麻黄碱与其他组份均能达到基线分离, 色谱图见图 1。

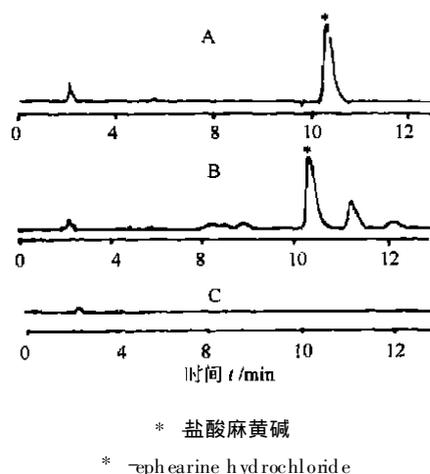


图 1 盐酸麻黄碱对照品 (A)、咳欣康片 (B) 和空白对照 (C) 的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC of ephedrine hydrochloride (A) Kexinkang Tablet (B), and blank (C)

2.5 线性关系考察: 精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液 (0.128 mg/mL) 2、4、6、8、10、12 μL 进样, 按上述色谱条件分析。以麻黄碱的峰面积对麻黄碱的量绘制标准曲线, 得回归方程  $Y = 2766.227X + 10572.27$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明麻黄碱在 0.256-1.536 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验: 精密吸取麻黄碱对照品溶液 (0.125 mg/mL) 6 μL, 连续进样 6 次, 记录每次的峰面积, 结果峰面积积分值基本稳定, RSD 为 0.51%。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液每隔 1 h 进样一次, 连续进样 8 次, 记录每次的峰面积, 结果表明供试品溶液在 7 h 内基本稳定, RSD 为 0.73%。

2.8 重现性试验:精密称取同一批号的咳欣康片粉末 6份,制备供试品溶液,按上述色谱条件进样分析,测定盐酸麻黄碱的峰面积,计算盐酸麻黄碱的质量分数,其 RSD为 0.98%。

2.9 回收率试验:精密称取已知含量(1.645 mg/g)的咳欣康片粉末,共 6份,每份 0.75 g,精密加入盐酸麻黄碱对照品 1.23 mg,依供试品溶液的制备方法处理,按上述色谱条件进样分析,测定盐酸麻黄碱的峰面积,计算回收率,结果盐酸麻黄碱的平均回收率为 99.67%,RSD为 0.93%。

2.10 样品测定:取不同批号的咳欣康片,按上述方法测定,结果见表 1

表 1 咳欣康片中盐酸麻黄碱的含量 (n= 3)

Table 1 Ephedrine hydrochloride in Kexinkang Tablet (n= 3)

批号	盐酸麻黄碱 (mg·片 <sup>-1</sup> )	批号	盐酸麻黄碱 (mg·片 <sup>-1</sup> )
021006	0.509	030915	0.349
030105	0.501	031001	0.487
030301	0.648	031002	0.493
030302	0.646	031111	0.575
030303	0.655	031112	0.697

### 3 讨论

咳欣康片是中药复方制剂,成分复杂,干扰多,

分离难,本实验对不同提取方法,不同分离条件进行了优选,在优选提取方法时,曾选用 1% 盐酸溶液提取,浓氨试液碱化,氯仿萃取的方法,结果萃取过程中乳化严重,并且麻黄碱提出率低,选用本试验提取方法,易操作,不乳化,提取回收率高,在优选分离条件时,曾使用乙腈-磷酸-三乙胺-水(2:0.1:0.1:97),乙腈-0.02 mol/L磷酸二氢钾溶液(含 0.2% 三乙胺,用磷酸调 pH值 2.7)(5:100)作为流动相分离样品溶液,结果样品图谱中麻黄碱分离状态均不佳,使用本试验流动相分离较好,麻黄碱与伪麻黄碱分离度达到 3

### References

- [1] Huang T K. *Handbook of Composition and Pharmacological Action of Commonly-used Traditional Chinese Medicine* (常用中药成分与药理手册) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 1994.
- [2] Suo W, Luo L J. Determination of ephedrine in the Kexinkang Tablet by TLCS [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(8): 593.
- [3] Jiang H, Xing H Z. Determination of ephedrine in the Xiaoeer Yifei Capsule by GC [J]. *J Gansu Coll Tradit Chin Med* (甘肃中医学院学报), 1996, 3(1): 20.
- [4] Zhang P, Li S D, Wang X. Determination of ephedrine in Gankeping Capsule by HPLC [J]. *J Harbin Univ Commerce - Nat Sci Ed* (哈尔滨商业大学学报·自然科学版), 2002, 18(1): 121.

## HPLC法测定通脉口服液中葛根素的含量

同利琪<sup>1</sup>,朱长福<sup>1</sup>,王国振<sup>2</sup>,郑玉光<sup>1\*</sup>

(1. 河北医科大学,河北 石家庄 050091; 2. 河北瑞生药业有限公司,河北 石家庄 050035)

通脉口服液是《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 4册收载的品种,由葛根、丹参、川芎 3味中药制成,原标准中检验项目少,只有葛根的薄层鉴别,且方法烦琐,无法控制药品质量。葛根素的含量测定方法报道较多,本实验采用 HPLC法测定葛根素的含量,结果较为满意。

### 1 仪器与材料

美国 Agilent 1100高效液相色谱仪,包括四元泵、可变波长 UV检测器、手动进样系统,Agilent色谱工作站;数控超声波清洗器(上海)。葛根素对照品购于中国药品生物制品检定所,含量测定用;通脉口服液和阴性试样(自制)。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Diamonsil TM C<sub>18</sub>色谱柱(250 mm× 4.6 mm, 5μm);流动相: 甲醇-水(25:75);体积流量: 0.7 mL/min;柱温: 室温;检测波长: 250 nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于 2 000。

2.2 溶液的制备:精密称取葛根素对照品(60℃五氧化二磷减压干燥 10 h)适量,置 50 mL量瓶中,加 30%乙醇溶解,并加至刻度,摇匀,即得对照品溶液(0.031 36 mg/mL)。精密量取通脉口服液 1 mL于 25 mL量瓶中,用 30%乙醇加至刻度,摇匀;精密量取 10 mL置 100 mL量瓶中,加 30%乙醇至刻度,摇匀,以 0.45μm微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。按供试品溶液制备方法同法制备阴性对照溶液。