

# HPLC法同时测定麻黄中盐酸麻黄碱、 盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱的含量

陈莹, 夏炎, 韩晓, 张莹, 沈瑞敏, 万端极\*  
(湖北工业大学化学与环境工程学院, 湖北武汉 430068)

**摘要:**目的:建立高效液相色谱法同时测定麻黄中盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱三种麻黄碱含量的方法。方法:采用 Cosmosil 5C<sub>18</sub>-MS-II 4.6mm × 250mm 色谱柱;乙腈-0.1% 磷酸溶液(3:97)为流动相;流速:1.0mL · min<sup>-1</sup>,柱温 30℃;利用紫外检测器,确定最佳检测波长为 215nm。结果:盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱的线性范围均为 50~2.5μg · mL<sup>-1</sup>,平均回收率依次为 94.51%、95.36% 和 92.73%。结论:本实验方法简单、快速、可靠,实现了 3 种组分的快速同时测定,为有效控制提取物的质量奠定方法学基础。

**关键词:**高效液相色谱,盐酸麻黄碱,盐酸伪麻黄碱,盐酸甲基麻黄碱,紫外

## HPLC simultaneous detection of ephedrine hydrochloride, pseudoephedrine hydrochloride and methylephedrine hydrochloride in ephedra

CHEN Ying, XIA Yan, HAN Xiao, ZHANG Ying, SHEN Rui-min, WAN Duan-ji\*

(School of Chemical and Environmental Engineering, Hubei University of Technology, Wuhan 430068, China)

**Abstract:** Objective: to develop an HPLC method for the simultaneous determination of ephedrine hydrochloride, pseudoephedrine hydrochloride and methylephedrine hydrochloride in ephedra. Method: the chromatographic conditions were: Cosmosil 5C<sub>18</sub>-MS-II 4.6mm × 250mm, the acetonitrile-0.1% phosphate (3:97) as mobile phase with 1.0mL · min<sup>-1</sup> flow rate, the column temperature set at 30℃, the detected wavelength selected as 215nm of ultraviolet. Results: the linear ranges of them were 50~2.5μg · mL<sup>-1</sup> and the average recoveries were 94.51%, 95.36% and 92.73% for ephedrine hydrochloride, pseudoephedrine hydrochloride and methylephedrine hydrochloride respectively. Conclusion: the method was simple and accurate for the simultaneous determination of 3 components in ephedra. It could be used for controlling the quality of extracts.

**Key words:** HPLC; ephedrine hydrochloride; pseudoephedrine hydrochloride; methylephedrine hydrochloride; ultraviolet

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2008)012-0243-02

麻黄是一种常见中药,为麻黄科植物草麻黄 *Ephedra sinica* Stapf、中麻黄 *Ephedra intermedia* Schrenk et C.A.Mey. 或木贼麻黄 *Ephedra equisetina* Bge. 的干燥草质茎<sup>[1]</sup>,是提取麻黄碱和制成多种制剂的原料。麻黄茎中主要成分为麻黄碱、伪麻黄碱和甲基麻黄碱等生物碱,以有机盐的形式存在于麻黄草中<sup>[2]</sup>。麻黄碱具有松弛平滑肌、收缩血管、抗炎及中枢兴奋、发汗解热、抗菌抗病毒、镇咳平喘等作用。历版《中国药典》均采用酸碱滴定法测定麻黄中总生物碱含量来监控质量,其操作烦琐、费时。本实验采用 HPLC 法同时对麻黄中盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱

及盐酸甲基麻黄碱的含量进行测定,方法简单、快速、可靠,可为有效控制提取物的质量奠定方法学基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱、盐酸甲基麻黄碱标准品均由 Sigma 公司提供;水 高纯水;乙腈 色谱纯, Honeywell Burdick&Jackson 公司;磷酸 分析纯,武汉市化学试剂厂;麻黄提取液 由湖北工业大学膜技术研究所提供。

UltiMate3000 HPLC 系统 配有: LPG-3400 泵、VWD-3100 多通道紫外-可见检测器、真空脱气机、LGC-1025M 柱温箱;超声清洗器 熊猫集团南京电子计量有限公司;电子天平 沈阳龙腾电子有限公司。

收稿日期: 2008-04-02 \* 通讯联系人

作者简介: 陈莹(1985-),女,在读硕士研究生,研究方向:环境保护、清洁生产、膜技术应用。

表1 麻黄中盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱和盐酸甲基麻黄碱含量

批次	盐酸麻黄碱		盐酸伪麻黄碱		盐酸甲基麻黄碱	
	含量( $\mu\text{g}$ )	RSD(%)	含量( $\mu\text{g}$ )	RSD(%)	含量( $\mu\text{g}$ )	RSD(%)
1	8.40 $\pm$ 0.20	1.37	13.58 $\pm$ 0.46	0.84	0.92 $\pm$ 0.23	0.52
2	8.63 $\pm$ 0.12	0.91	13.82 $\pm$ 0.31	0.67	1.32 $\pm$ 0.12	0.27
3	7.80 $\pm$ 0.34	0.73	13.08 $\pm$ 0.11	0.24	0.82 $\pm$ 0.42	0.76

## 1.2 实验方法

1.2.1 色谱条件 色谱柱:Cosmosil 5C<sub>18</sub>-MS-II 4.6 mm  $\times$  250 mm;流动相:乙腈-0.1%磷酸溶液(3:97);检测波长:210nm;柱温:30℃;进样量:20 $\mu\text{L}$ ;流速:1.0mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>。

1.2.2 对照品储备液的配制 精密称取经五氧化二磷减压干燥24h的盐酸麻黄碱对照品10mg至10mL容量瓶中,加流动相适量,超声使溶解,放冷并稀释至刻度,即得1 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品储备液。0.45 $\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤,供进样用。盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱对照品配制方法同上。

1.2.3 样品的配制 取20g发酵后麻黄草,60℃下以200mL水分三次提取,提取时间为每次1h,合并滤液,稀释10倍后经0.45 $\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤,滤液即为供试品溶液。

## 2 结果与讨论

### 2.1 供试品溶液 HPLC 分析

对照品和供试品的液相色谱特征图见图1和图2。在上述色谱条件下,盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱的保留时间依次为17.267、18.973、21.287min,并在其附近均无明显干扰,供试品溶液中三种麻黄碱与其他成分之间也得到了良好的分离。

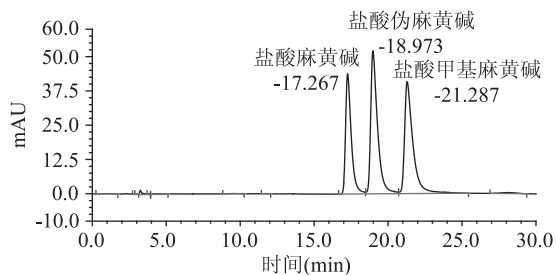


图1 对照品色谱图

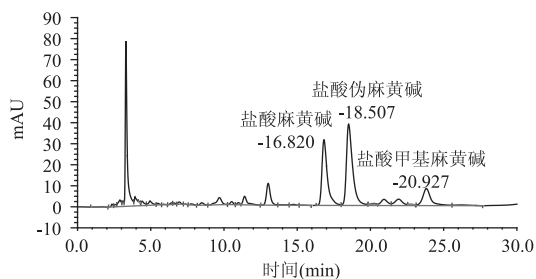


图2 供试品色谱图

### 2.2 线性范围

配制浓度为50、25、10、5、2.5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液,取上述溶液在选定的色谱条件下,分别进样20 $\mu\text{L}$ ,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准

曲线。线性方程为:盐酸麻黄碱  $Y = 736.63X - 0.1471$ ,  $r = 0.9999$ ;盐酸伪麻黄碱  $Y = 751.4X - 0.1776$ ,  $r = 0.9999$ ;盐酸甲基麻黄碱  $Y = 873.51X - 0.6686$ ,  $r = 0.9999$ ,表明三者的浓度与峰面积在50 ~ 2.5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内均呈良好的线性关系。

### 2.3 精密度实验

取同一份供试品溶液,进样量为20 $\mu\text{L}$ ,连续进样6次,考察色谱峰保留时间和峰面积的一致性,盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱的峰面积RSD分别为0.9%、1.2%和1.4%。

### 2.4 稳定性实验

取同一份供试品溶液,分别在0、2、4、8、12、24h不同时间点进行测定,考察保留时间和峰面积的一致性,盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱的峰面积RSD分别为1.7%、1.3%和0.9%。

### 2.5 加样回收率实验

取6份已知盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱含量的麻黄药材0.3g,精密称定,分别准确加入盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱及盐酸甲基麻黄碱对照品各适量,按1.2.3项操作,进样测定峰面积,计算回收率。结果盐酸麻黄碱的平均回收率为94.51%,RSD为0.9%;盐酸伪麻黄碱的平均回收率为95.36%,RSD为0.5%;盐酸甲基麻黄碱的平均回收率为92.73%,RSD为0.6%。

### 2.6 样品测定

取不同批号的样品,按供试品溶液制备项下方法制备溶液,进样20 $\mu\text{L}$ ,照上述色谱条件测定,以外标法计算样品中麻黄碱的含量,结果见表1。

## 3 讨论

3.1 考察了不同比例的甲醇-0.05mol  $\cdot$  L<sup>-1</sup>磷酸二氢钾、甲醇-0.05mol  $\cdot$  L<sup>-1</sup>磷酸二氢钠、甲醇-水以及乙腈-0.1%磷酸溶液等流动相系统,最后确定乙腈-0.1%磷酸溶液(3:97)为流动相,在此条件下,三种麻黄碱峰形较对称,分离效果最佳。

3.2 由紫外扫描信息得知,各组分在215nm处均有较大的吸收,与文献资料一致,故选用215nm作检测波长。

3.3 本研究建立的测定方法灵敏度高,专属性强,重现性好,操作简单,一次进样即可同时测定3个组分的含量,可作为麻黄总碱质量标准的依据。

### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中国药典(一部)[M],2000. 262.
- [2] 郑虎占. 中药现代研究与应用(第五卷[M]),1998. 419.