**枇杷止咳颗粒、枇杷止咳胶囊中罂粟壳的含量测定方法**

**枇杷止咳颗粒：**

【含量测定】 **罂粟壳** 照高效液相色谱法（中国药典2015年版四部 通则0512）测定。

色谱条件与系统适应性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.1%磷酸溶液为流动相A，以乙腈为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30℃，吗啡和磷酸可待因的检测波长为213nm，盐酸罂粟碱的检测波长为251nm。理论板数按吗啡峰计算应不低于3000。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（min） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0 | 97 | 3 |
| 8 | 97 | 3 |
| 50 | 60 | 40 |

对照品溶液的制备 取吗啡、磷酸可待因、盐酸罂粟碱各适量，精密称定，加甲醇适量使溶解，再加乙腈-氨水（95∶5，临用新制）制成含吗啡30μg、磷酸可待因10μg、罂粟碱2μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下本品，混匀，研细，取约6g，精密称定，置50ml量瓶中，加入0.1mol/L盐酸溶液适量，超声处理（功率250W，频率40kHz）1小时，放冷，用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，离心（10000rpm）10分钟，取上清液，滤过，精密量取续滤液5ml，加在混合型阳离子固相萃取小柱（150mg，6ml，用甲醇、水各6ml预洗）上，依次用0.1mol/L盐酸溶液、甲醇各6ml洗脱，弃去洗脱液，继续用乙腈-浓氨试液（95∶5，临用新制）混合溶液洗脱，收集洗脱液置5ml量瓶中，加上述混合溶液稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含罂粟壳以吗啡（C17H19O3N）计，应为0.30 mg〜1.60mg；吗啡、磷酸可待因、盐酸罂粟碱总量应为0.41mg～2.20mg。

**枇杷止咳胶囊：**

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典2015年版四部 通则0512）测定。

色谱条件与系统适应性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.1%磷酸溶液为流动相A，以乙腈为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30℃，吗啡和磷酸可待因的检测波长为213nm，盐酸罂粟碱的检测波长为251nm。理论板数按吗啡峰计算应不低于3000。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（min） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0 | 97 | 3 |
| 8 | 97 | 3 |
| 50 | 60 | 40 |

对照品溶液的制备 取吗啡、磷酸可待因、盐酸罂粟碱各适量，精密称定，加甲醇适量使溶解，再加乙腈-氨水（95∶5，临用新制）制成含吗啡100μg、磷酸可待因30μg、罂粟碱2μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下本品内容物，混匀，研细，取约2g，精密称定，置锥形瓶中，精密加入0.1mol/L盐酸溶液50ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）1小时，放冷，用0.1mol/L盐酸溶液补足减失的重量，摇匀，离心（10000rpm）10分钟，取上清液，滤过，精密量取续滤液5ml，加在混合型阳离子固相萃取小柱（150mg，6ml，用甲醇、水各6ml预洗）上，依次用0.1mol/L盐酸溶液、甲醇各6ml洗脱，弃去洗脱液，继续用乙腈-浓氨试液（95∶5，临用新制）混合溶液洗脱，收集洗脱液置5ml量瓶中，加上述混合溶液稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含罂粟壳以吗啡（C17H19O3N）计，应为0.10 mg〜0.54mg；吗啡、磷酸可待因、盐酸罂粟碱总量应为0.16mg～0.86mg。