

1.99%。说明供试品溶液的吸收面积在5 h内基本无变化,较稳定。

3.5 重复性试验:取同一批样品,精密称取6份,按样品含量测定方法提取、测定、计算。平均含量为0.290%,RSD为1.19%。

3.6 加样回收率试验:取同批甘草酸含量为0.280%的样品,剪碎,混匀,精密称取5份各1.0 g,各精密加入0.56 mg/mL的甘草酸对照品溶液5 mL,均依样品测定项下方法操作,计算回收率为98.82%,RSD为1.12%。

3.7 牛黄清心丸空白试验:照上述色谱条件测定牛黄清心丸空白样品(不含甘草的牛黄清心丸样品)与甘草酸对照品液测定结果相比较,在甘草酸出峰位置处无其他干扰。

#### 4 小结与讨论

4.1 波长的选择:文献<sup>[4~6]</sup>报道甘草酸的检测波长有238、248、280 nm不等。本文应用紫外分光光度计测定甘草酸的紫外吸收光谱图,在254 nm处有最大吸收,故选择254 nm为检测波长。

4.2 流动相的选择:牛黄清心丸为中药大复

方制剂,药味复杂。实验中考察了多种流动相,发现提高流动相的酸性可以改善样品峰的峰形及分离度,又考虑pH太低不利于色谱柱的保养,故加入0.05 mol/L  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  缓冲液。结果表明,本文流动相采用0.05 mol/L  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (pH=2.5)-MeCN(21:10)可排除处方中共存的药材和杂质的干扰,甘草酸峰形良好,与杂质峰达基线分离。

4.3 缓冲液的配制:精称6.8 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ,置1 000 mL容量瓶中,加入2 mL磷酸,用水稀释至刻度,摇匀,即得0.05 mol/L  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (pH=2.5)的缓冲液,该缓冲液必须现用现配。

#### 参考文献

- 1 石力夫,等. 中草药,1993,24(6):296
- 2 毛丽珍,等. 中成药,1992,14(8):18
- 3 任家礼,等. 中草药,1990,21(1):18
- 4 王 荣,等. 中国药学杂志,1996,31(9):548
- 5 朱维华. 药物分析杂志,1994,14(5):47
- 6 崔铨玖,等. 药物分析杂志,1996,16(5):323

(1998-12-25 收稿)

## 三蛇胆川贝糖浆中麻黄碱的鉴别与含量测定

广西药品检验所(南宁 530021) 甘勇强\*

**摘 要** 用TLC法和HPLC法对三蛇胆川贝糖浆中麻黄碱进行定性鉴别和含量测定。含量测定采用 $\mu\text{Bondapak C}_{18}$ 柱(4.6 mm $\times$ 300 mm 10  $\mu$ ),以乙腈-水-磷酸-十二烷基硫酸钠(38:62:0.1:0.5)为流动相,检测波长207 nm,回收率为96.9%,RSD为1.38%。

**关键词** 三蛇胆川贝糖浆 麻黄碱 鉴别 含量测定

三蛇胆川贝糖浆是《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第三册(1991年)收录的品种,由三蛇胆、川贝、麻黄等组成,具有清热润肺,化痰、止咳之功,为常用的中成药。部颁标准中有生物碱试管反应鉴别,

无专属性强的薄层色谱鉴别和含量测定项目。为更好地控制药品质量,保证用药安全、有效,对方中的麻黄所含有有效成分麻黄碱进行TLC鉴别和HPLC含量测定。

#### 1 仪器、样品及试剂

\* Address: Gan Yongqiang, Guangxi Institute for Drug Control, Nanning  
甘勇强 1987年7月毕业于广西中医学院药系,获医学学士学位,现任主管药师,从事药品质量标准的研究和药品的仪器分析工作,在《中国药事》、《广西中医药》等杂志上发表学术论文数篇。

Waters 输液泵 Model 510、490 检测器及 750 数据处理机;盐酸麻黄碱对照品由中国药品生物制品检定所提供;三蛇胆川贝糖浆由广西 A、B 药厂提供,批号分别为 9703040、9703041、970621、970623;硅胶 G (青岛海洋化工厂),乙腈为优级纯,乙醚、氯仿、甲醇、磷酸、十二烷基硫酸钠等为分析纯。

## 2 TLC 鉴别

2.1 TLC 溶液制备:取三蛇胆川贝糖浆 50 mL,加浓氨溶液 5 mL,用乙醚振摇提取 2 次,每次 25 mL,合并乙醚液,水浴蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作供试品溶液。另取麻黄对照药材 2 g,同法制成对照药材溶液。再取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

2.2 TLC 条件:硅胶 G-CMC 薄层板;展开剂:氯仿-甲醇-浓氨溶液(20:5:0.5);点样量:供试液 5~10  $\mu$ L,对照液 5  $\mu$ L;显色:茚三酮试液、105 $^{\circ}$ C 烘约 5 min。结果麻黄碱、样品、对照品斑点一致,空白无麻黄碱斑点。

## 3 HPLC 含量测定

3.1 HPLC 条件:色谱柱: $\mu$ Bondapak C<sub>18</sub> (4.6 mm $\times$ 300 mm 10  $\mu$ )流动相:乙腈-水-磷酸-十二烷基硫酸钠(38:62:0.1:0.5);检测波长:207 nm[陈发奎.中草药,1994,25(11):571];理论塔板数按麻黄碱计为 3500,样品中麻黄碱分离很好。

3.2 线性关系的考察:精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液(11.6 mg $\rightarrow$ 10 mL)0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,分别精密量取 10  $\mu$ L,注入液相色谱仪,以盐酸麻黄碱进样量为横坐标,峰面积为纵标,绘制标准曲线。回归方程为: $Y=47522.1X-3860.0$ , $r=0.9995$ 。结果表明,盐酸麻黄碱在 0.58~2.90  $\mu$ g 范围内呈线性关系。

3.3 精密度与重复性试验:精密吸取对照品溶液 5  $\mu$ L,重复进样 5 次,测得平均峰面积

积分为 20 571, $RSD$  为 0.65%( $n=5$ );对同一批样品(批号 9703041)进行 5 次测定,求得  $RSD$  为 1.41%。

3.4 加样回收率试验:精密吸取已知含量的样品(批号 9703041)10 mL,分别精密加入盐酸麻黄碱对照品溶液(0.116 mg/mL)4 mL,按样品测定方法测定,4 次测定结果平均回收率为 96.9%, $RSD$  为 1.38%。

3.5 样品测定与结果:精密吸取三蛇胆川贝糖浆 25 mL,加浓氨溶液 5 mL,用乙醚振摇提取 4 次(30、20、20、10 mL),合并乙醚提取液,用氯化钠饱和的水溶液洗涤 3 次,每次 10 mL,弃去水洗液,乙醚提取液蒸干,残渣加流动相溶解,转移至 5 mL 量瓶中,定容,摇匀,微孔滤膜滤过,精密吸取滤液与对照品溶液各 10  $\mu$ L,进样测定,以外标法计算。样品测定结果见表 1。

表 1 样品含麻黄碱的测定结果

生产单位	批号	含量%(mg/mL)
广西 A 制药厂	9703040	1.445
广西 A 制药厂	9703041	1.514
广西 B 制药厂	970621	0.388
广西 B 制药厂	970623	0.375

## 4 讨论

4.1 通过 TLC 法能有效地定性鉴别三蛇胆川贝糖浆中麻黄,空白无干扰,专属性强,重现性好,克服部颁标准中生物碱试管反应专属性差的缺点。

4.2 不同厂家生产的三蛇胆川贝糖浆,所含麻黄碱的量有差别,测得值相差几倍。

4.3 《中国药典》1995 年版一部规定,麻黄药材中含麻黄碱不得少于 0.8%,按比值理论推算,三蛇胆川贝糖浆中含麻黄碱的量至少为 0.6%(mg/mL),实际测得值与之相差较大,表明中成药标准中应建立含量测定项,以提高药品的质量控制指标,同时需加强对中成药的生产监督管理。

(1998-10-30 收稿)