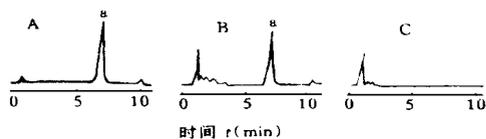


算应不低于 3 500 按以上条件分析样品 (图 1)。



A 黄芩苷对照品 B 样品 C 阴性样品

图 1 对照品与样品色谱图

### 3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取在 60℃ 真空干燥 4 h 的黄芩苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 约含 0.3 mg 的对照品溶液。

3.2 样品溶液的制备: 取胶囊 40 粒, 倾出其内容物, 混匀, 研细, 取细粉约 0.3 g, 精密称定, 置具塞锥形管中, 加入甲醇 30 mL, 密塞, 超声处理 15 min, 放冷, 滤过, 滤液置 50 mL 容量瓶中, 用甲醇分次洗涤残渣和容器, 洗液并入同一容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

3.3 样品测定方法: 准确吸取样品溶液和对照品溶液各 20 μL, 注入液相色谱仪, 照上述色谱条件, 外标法进行测定。

3.4 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 20 μL, 注入液相色谱仪, 重复进样 5 次, 求得峰面积, RSD 为 0.42%。

3.5 线性关系试验: 精密称取在 60℃ 真空干燥至恒重的黄芩苷对照品, 以甲醇制成每 1 mL 含 23.62 μg 的对照品溶液, 精密吸取 4, 8, 12, 16, 20

μL 进样测定, 以峰面积和进样量进行线性回归计算, 结果表明黄芩苷在 0~0.4724 μg 之间线性关系良好, 以黄芩苷进样量 (μg) 为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 回归方程为:  $Y = 2622.56X$ , 相关系数  $r = 0.9999$ 。

3.6 重现性试验: 按样品溶液制备方法处理同一批样品 5 份, 依法测定, 求得峰面积, 结果重现性良好, 样品中黄芩苷含量的 RSD 为 0.98%。

3.7 回收率试验: 准确称取已测知含量的样品, 定量加入黄芩苷对照品适量, 依法测定, 结果测定的回收率为 101.9%, RSD 为 0.72% ( $n = 5$ )。

3.8 样品测定: 按样品测定方法测定 5 批成药样品, 结果黄芩苷含量分别为 1.503%, 1.602%, 1.522%, 1.548%, 1.598%。

### 4 讨论

4.1 流动相的选择: 本实验流动相选择了甲醇-0.2% 磷酸溶液 (60:40, 50:50, 70:30) 进行试验, 结果以甲醇-0.2% 磷酸溶液 (60:40) 流动相分离效果比较好。

4.2 对黄芩苷标准品溶液在 200~600 nm 范围内进行扫描, 测得其最大吸收波长为 278 nm, 对样品中所测成分色谱峰与黄芩苷对照品色谱峰在 200~600 nm 的紫外光谱进行比较, 结果一致。所以我们选用紫外检测波长为 278 nm, 黄芩苷峰可以与其它峰达到良好的基线分离。

(1999-06-17收稿)

## 薄层扫描法测定咳欣康片中麻黄碱的含量

承德中药集团有限责任公司 (067000) 索伟 雒丽佳

咳欣康片是在麻杏石甘汤的基础上添加桔梗、黄芩、罂粟壳等药材按现代制药工艺制成的中药片剂。

麻黄, 辛、甘温, 宣肺解表而平喘, 系本方中之君药。其中主要成分麻黄碱的含量测定方法已有报道<sup>[1,2]</sup>, 结合具体情况, 本文采用双波长薄层扫描法, 建立了一种灵敏、可靠和较为经济、便捷的检测咳欣康片中麻黄碱含量的方法。

### 1 仪器与试药

咳欣康片: 承德中药集团生产。咳欣康片阴性对照品: 取处方中除麻黄外的其他 6 味药材, 按咳欣康

片制备工艺制得。盐酸麻黄碱对照品: 中国药品生物制品检定所。HSG 高效薄层板: 烟台化工研究所。茚三酮: 化学纯。其余试剂均为分析纯。

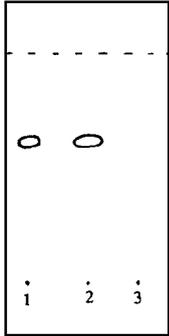
### 2 实验方法

2.1 对照品溶液制备: 精密称定盐酸麻黄碱对照品适量, 用无水乙醇溶解, 定容于 5 mL 容量瓶中, 制成对照品溶液。

2.2 供试液的制备: 取咳欣康片 20 片除去包衣, 精密称定重量, 计算平均片重, 研细。精密称定相当于 10 片重量的粉末, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 精密加入 20 mL (1→100) 盐酸水溶液, 冷浸放置过夜。

过滤,精密量取续滤液 5 mL,置分液漏斗中,加 0.5 mol/L NaOH溶液 2 mL,加入 NaCl 1 g,使溶解,用乙醚萃取 4次,每次 10 mL 合并乙醚萃取液,加入 2 mL (1→100) HCl无水乙醇溶液,水浴蒸干,用无水乙醇将残渣溶解,定容于 5 mL容量瓶中,制得供试品溶液

2.3 咳欣康片麻黄阴性对照液的制备:取相当于 10片量的咳欣康片麻黄阴性对照品细粉,按供试品溶液制备方法制得咳欣康片麻黄阴性对照液



1咳欣康片供试液  
2麻黄碱对照液  
3咳欣康麻黄阴性对照液

图 1 样品 TLC 图

2.4 薄层层析实验:分别吸取咳欣康片供试品溶液、咳欣康片麻黄阴性对照液、盐酸麻黄碱对照品溶液各 4 $\mu$ L交叉点于同一高效硅胶 G板上,在室温下,以氯仿-甲醇-氨水 (10:5:0.5)为展开剂,层析前,将薄层板放置层析缸中用展开剂蒸气预平衡 30 min,展开,取出,晾干,喷 1% 茚三酮无水乙醇溶液,105 $^{\circ}$ C 烘 10 min,显色。层析图谱见图 1

2.5 测定方法的确定:CS-930双波长扫描仪,反射法,狭缝 1.2 mm $\times$  1.2 mm,在 370~700 nm间分别测定对照品盐酸麻黄碱层析

色谱中盐酸麻黄碱斑点和样品层析色谱中与之对应斑点的吸收光谱。在此波长范围内,在 405,520 nm处均有最大吸收,450 nm处有吸收谷。

据此确定薄层扫描条件为: $\lambda_{S=}$  520 nm, $\lambda_{R=}$  450 nm;狭缝 1.2 mm $\times$  1.2 mm;线性参数  $S_X=$  3;反射法锯齿扫描;灵敏度:中等

2.6 线性关系考察:精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液(含盐酸麻黄碱 0.506 mg/mL) 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 $\mu$ L点于同一高效硅胶 G板上,展开,显色,扫描。以峰面积积分值为纵坐标,点样量为横坐标回归,回归方程,  $Y= 39\ 054.1C+ 5\ 431.62$ ,  $r= 0.998\ 6$

结果表明在 0.25~2.5 $\mu$ g间,盐酸麻黄碱斑点

面积积分值与点样量呈良好线性关系

2.7 精密度实验:在同一高效硅胶 G板上,吸取上述对照品溶液 2 $\mu$ L,重复 6次点样,展开,显色,扫描。结果  $RSD= 2.94\%$

2.8 稳定性考查:斑点显色后,每隔 20 min检测一次斑点面积,结果表明,盐酸麻黄碱斑点积分面积在 2 h内稳定

2.9 回收率实验:采用加样回收法,取已知含量的咳欣康片粉末,分别添加盐酸麻黄碱对照品,按供试品溶液制备方法制备供试液,点样,展开,显色,测定。计算回收率,结果平均为 99.37%,  $RSD= 4.0\%$ 。

2.10 样品含量测定:取咳欣康片 12批,按上述实验方法制备供试品溶液,在同一高效薄层板上分别点供试品溶液 4 $\mu$ L,对照品溶液 2 $\mu$ L, 4 $\mu$ L,展开,显色,检测,计算含量,结果见表 4

表 4 样品含量测定结果

批号	含量(毫克/片)	批号	含量(毫克/片)
970101	0.57	980316	0.54
980212	0.46	980317	0.44
980410	0.41	980318	0.49
981001	0.89	980614	0.63
981006	0.59	980615	0.68

### 3 讨论

3.1 供试液制备曾试验用 20 mL有机溶剂(氯仿、乙醚、苯等)和 1 mL氨水混合冷浸方法提取有效成分,但经反复实验证明,麻黄碱在氨水调节的碱性有机溶剂中不稳定,极易转化为另一种未知成分,干扰样品层析色谱中麻黄碱斑点,不适于含量测定。本文采用的处理方法可有效地消除杂质的干扰,且供试液很稳定。

3.2 层析时的温度对层析的效果影响很大,温度低,层析缸中蒸气不易分布平衡,影响薄层板预平衡效果。

3.3 层析前的预平衡可有效地消除层析过程的边缘效应,并可使麻黄碱斑点 Rf值保持在 0.60

#### 参考文献

1 程 怡,冯 青,王辉人,等. 中成药, 1990, 12(6): 15  
2 黄秉廉. 中成药, 1992, 14(6): 17

(1999-09-13收稿)

欢 迎 投 稿 欢 迎 刊 登 广 告