1.44%。表明供试品溶液在室温用量瓶密闭放置，在 12 h 内基本稳定。

2.8 精密度试验：精密吸取批号 700040 裸花紫珠片供试品溶液，进样 10 μL，重复进样 6 次，测定木犀草素的峰面积值，求得 RSD 为 1.34%。

2.9 重现性试验：取批号 700700 裸花紫珠片 6 份，制备供试品溶液，测定质量分数，求得 RSD 为 1.93%。

2.10 回收率试验：取批号 700700 裸花紫珠片（含木犀草素 2.843 1 mg/g）0.2 g，分别称取 6 份，精密称定，分别精密加入 0.51 mg/mL 木犀草素对照品溶液 1 mL，制备供试品溶液，测定，计算，结果平均加样回收率为 100.3%，RSD 为 1.92%。

2.11 样品测定：取 3 批样品，依法制备供试品溶液。精密吸取供试品溶液和木犀草素对照品溶液 10 μL，注入液相色谱仪，依照上述色谱条件测定峰面积，按标准曲线法计算木犀草素的质量分数，结果见表 1。

表 1 裸花紫珠片中木犀草素的测定结果（n= 3）

Table 1 Determination of luteolin in Luohua Zizhu Tablets (n= 3)

批号	木犀草素/（mg·片$^{-1}$）
700060	1.466 7
700070	1.527 0
700080	1.578 6

3 讨论

裸花紫珠片糖衣片的原质量标准均没有定量测定项。本实验选择裸花紫珠中的有效成分之一木犀草素作为指标性成分，采用 HPLC 法测定其质量分数，从而控制裸花紫珠片的质量，为裸花紫珠片的质量控制提供了一个可行的测定方法。同时该法还可以供制定裸花紫珠药材质量标准时参考。

参考文献：

[1] 宋永强，谌乐刚. 分光光度法测定裸花紫珠片中总黄酮含量[J]. 海南医学，2005，16(6)：152.

[2] 王祝年，韩 壮，崔海滨，等. 裸花紫珠的化学成分[J]. 热带亚热带植物学报，2007，15(04)：359-362.

RP-HPLC 法测定麻黄及其炮制品中盐酸麻黄碱

祝 婧，钟凌云*，龚千锋，张的凤

（江西中医学院药学院，江西 南昌 330004）

摘 要：目的 确定盐酸麻黄碱测定方法，以检测麻黄不同炮制品中麻黄碱成分的变化。方法 采用 RP-HPLC 法。色谱柱为 Dikma Diamonsil C_{18}（250 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相：乙腈-0.1% 磷酸（含 0.1% 三乙胺）水溶液（4∶96）；体积流量：1.0 mL/min；检测波长：210 nm；柱温：30 ℃。结果 盐酸麻黄碱线性回归方程为 Y= 29.939 X+ 0.4095，r= 0.999 5，盐酸麻黄碱进样量在 0.06～1.8 μg 与峰面积线性良好。加样回收率为 103.78%，RSD 为 1.89%。麻黄碱的量为生品> 沸水泡麻黄> 蜜炙麻黄> 炒麻黄。结论 建立的高效液相色谱测定盐酸麻黄碱方法提取步骤简便，重现性高，可以作为盐酸麻黄碱测定方法。

关键词：麻黄；炮制；盐酸麻黄碱；高效液相色谱

中图分类号：R286.02 文献标识码：A 文章编号：0253-2670(2009)04-0580-03

麻黄为麻黄科多年生草本状小灌木植物草麻黄 *Ephedra sinica* Stapf、中麻黄 *E. intermedia* Schrenk et C. A. Mey. 或木贼麻黄 *E. equisetina* Bge. 的干燥草质茎，具有发汗散寒、宣肺平喘、利水消肿等功效。麻黄中含有生物碱、黄酮、黄烷、鞣质、挥发油、有机酸、多糖等多种成分，目前对其药理毒理作用研究较明确的只有生物碱类，其中盐酸麻黄碱被认为是麻黄宣肺平喘的药效成分之一。麻黄通过炮制可以缓和其发汗作用，并增强止咳平喘功效，目前临床使用和文献记载麻黄的炮制方法主要有蜜炙法、炒黄法及沸水泡法。《中国药典》2005 年版对麻黄药材以盐酸麻黄碱作为质控指标，但样品的前

* 收稿日期：2008-07-17

基金项目：国家“十一五”科技攻关项目（2006BAI09B06-08-05）

作者简介：祝 婧（1985—），女，江西中医学院 2006 级硕士研究生。

* 通讯作者 钟凌云 Tel：（0791）7118995 E-mail：ly1638163@163.com

处理方法较为复杂。为了建立高效快速准确的测定方法，本实验确定了样品处理方法简单，准确性高和重现性好的测定方法，并对麻黄不同炮制品如蜜炙麻黄、沸水泡麻黄、炒麻黄中盐酸麻黄碱进行测定，以期发现不同炮制方法对盐酸麻黄碱的影响，为探讨麻黄炮制机制及制定饮片质量标准提供参考。

1 仪器与试药

Dionex UltiMate3000 液相色谱仪，PDA —3000 二极管阵列紫外检测器，Chromeleon 工作站，KQ3200 超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司），Mettler AE 240 型十万分之一电子天平（瑞士 Mettler），Sartorius 万分之一电子天平（德国赛多利斯），Raynger ST 型红外测温仪（美国 Raytek），RE52CS 旋转蒸发仪（上海亚荣生化仪器厂）。

乙腈为色谱纯（Dikma），其他试剂均为分析纯，水为娃哈哈纯净水。盐酸麻黄碱对照品（批号：171241-200405）由中国药品生物制品检定所提供。麻黄药材由内蒙古赤峰荣兴堂药业有限公司提供，经本校中药鉴定教研室诸小兰教授鉴定为麻黄科植物草麻黄 *E. sinica* Stapf 的干燥草质茎。

2 方法与结果

2.1 炮制品的制备

2.1.1 麻黄生品的制备：取原药材，除去木质茎、残根及杂质，抖净灰屑，切段。

2.1.2 蜜炙麻黄的制备：取炼蜜 4 g，加 0.5 倍量开水稀释，淋入 20 g 麻黄段中拌匀，闷润，置炒制容器内，用文火加热，炒至不粘手时，取出晾凉。得率 79.78%。

2.1.3 沸水泡麻黄的制备[2]：取麻黄段 20 g，置容器内，倒入沸水浸泡 3 h，用清水洗净，晾干。得率 94.36%。

2.2 对照品溶液的制备：精密称取盐酸麻黄碱对照品 5 mg，置 50 mL 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。精密量取 15 mL 置 25 mL 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，即得（含盐酸麻黄碱 60 μg/mL）。

2.3 供试品溶液的制备：精密称取麻黄及各炮制品粗粉 0.5 g，置于锥型瓶中，加入甲醇-水（1∶1）约 45 mL，超声提取 30 min，放至室温，滤过，加入甲醇-水（1∶1）定容至 50mL，即得。

2.4 色谱条件：色谱柱为 Dikma Diamonsil C_{18}（250 mm × 4.6 mm，5 μm）；流动相：乙腈-0.1% 磷酸（含 0.1% 三乙胺）水溶液（4∶96）；体积流量：1.0 mL/min；检测波长：210 nm；柱温：30 ℃。

2.5 线性关系的考察：取盐酸麻黄碱对照品溶液 1、5、10、15、20、25、30 μL 分别注入液相色谱仪，测定峰面积积分值。以峰面积对进样量进行回归，得回归方程 $Y = 29.939X + 0.4095$，$r = 0.9995$，表明盐酸麻黄碱进样量在 0.06～1.8 μg 与峰面积线性良好。

2.6 精密度试验：取麻黄生品供试品溶液 10 μL 注入液相色谱仪，连续进样 5 次，测定盐酸麻黄碱峰面积，计算得 RSD 为 0.99%。

2.7 重现性试验：取麻黄生品粗粉 5 份，每份 0.5 g，精密称定，制备供试品溶液，精密吸取此供试品溶液 10 μL 进样测定，测定各样品中盐酸麻黄碱的质量分数，计算得 RSD 为 1.78%。

2.8 稳定性试验：取麻黄生品供试品溶液分别于 0、2、4、8、12 h 进样 10 μL，测定盐酸麻黄碱峰面积，计算得 RSD 为 0.38%，表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验：精密称取麻黄生品粗粉 0.08、0.1、0.12 g 各 3 份，分别加入 0.60、0.72、0.88 mg/mL 盐酸麻黄碱对照品溶液各 1 mL，制备供试品溶液，进样测定，计算得平均回收率为 103.78%，RSD 为 1.89%（$n = 9$）。

2.10 样品测定：取麻黄生品、炮制品各 0.5 g，精密称定，制备供试品溶液。分别精密吸取供试品溶液 10 μL，注入液相色谱仪，测定峰面积，根据回归方程计算盐酸麻黄碱质量分数，结果见表 1 和图 1。结果表明，麻黄经过炮制后，各炮制品中麻黄碱均有所下降，且以炒麻黄降低最多，盐酸麻黄碱从高到低依次为生品麻黄、沸水泡麻黄、蜜炙麻黄、炒麻黄。

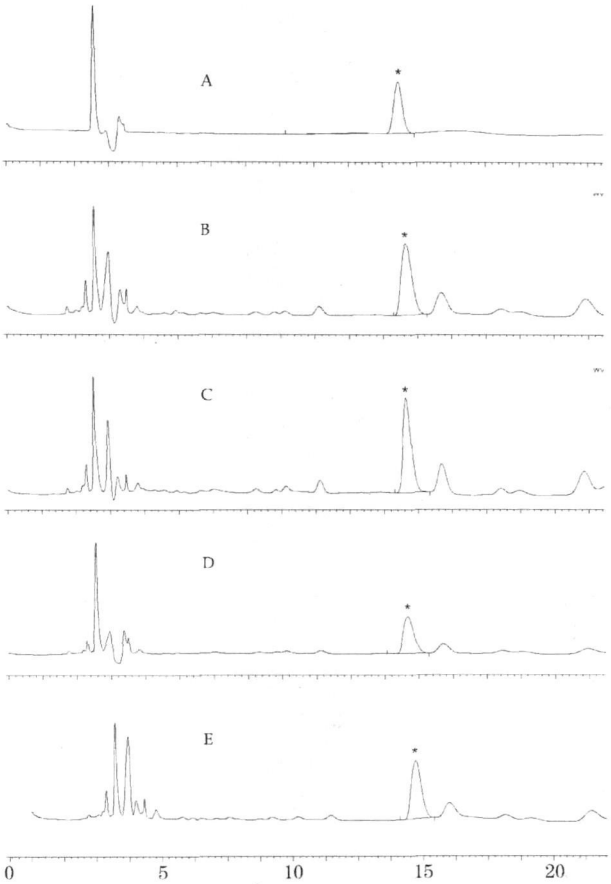
表 1 麻黄及其炮制品中盐酸麻黄碱的测定结果（$n = 3$）

Table 1 Determination of ephedrine hydrochloride in *Herba Ephedrae* and its processed products ($n = 3$)

样品	盐酸麻黄碱/%
麻黄生品	1.4652
蜜炙品麻黄	1.0445
沸水泡麻黄	1.1869
炒麻黄	0.9707

3 讨论

在提取工艺的考察试验中，选择了盐酸-乙醇超



*-盐酸麻黄碱

*-ephedrine hydrochloride

图 1 盐酸麻黄碱(A)、麻黄生品(B)、蜜炙麻黄(C)、沸水泡麻黄(D)和炒麻黄(E)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of ephedrine hydrochloride (A), *Herba Ephedra* (B), *Herba Ephedra* stir-fried with honey (C), *Herba Ephedra* soaked by boiling water (D), and *Herba Ephedra* stir-fried without supplement material (E)

声提取法[1]、乙醚萃取法[2]、氯仿萃取法[3]、甲醇-水超声提取法[4],测定结果表明甲醇-水超声提取法的提取效果最好,且过程简便、提取时间短,重现性好,故在实验中选用甲醇-水超声提取法。

实验中分别使用了 DIKMA Diamonsil C_{18}(250 mm×4.6 mm, 5 μm)、Hanbon Packing Linchrospher C_{18}(250 mm×4.6 mm, 5 μm)以及 DIONEX Acclaim 120 C_{18}(250 mm×4.6 mm, 5 μm)色谱柱进行考察,在同样使用乙腈和 0.1%磷酸(含 0.1%三乙胺)水溶液的流动相体系之下,同种成分在不同的色谱柱中达到最佳分离的色谱条件不尽相同。通过综合比较和分析,本实验选用 DIKMA Diamonsil C_{18}(250 mm×4.6 mm, 5 μm)色谱柱。

取盐酸麻黄碱对照品 10 μL 进样,在 200~800 nm 全波长扫描,结果表明盐酸麻黄碱在 210 nm 处有最大吸收。

实验比较了流动相乙腈-0.1%磷酸(9∶87)、乙腈-0.1%磷酸(含 0.1%三乙胺)(4∶96)以及乙腈-0.02 mol/L 磷酸二氢钾(加 0.2%三乙胺,用磷酸调 pH 至 2.7)(2∶98),结果显示第一种流动相所得待检色谱峰有严重拖尾现象,影响色谱峰的分离;第二种流动相所得色谱峰峰形对称,分离度良好,可使盐酸麻黄碱与其他成分获得基线分离;第三种流动相所得色谱峰峰形对称性及分离度均符合要求,但其保留时间过长,且考虑使用缓冲盐会对色谱柱造成较大损害,从实验的实际情况出发,选择乙腈-0.1%磷酸(含 0.1%三乙胺)(4∶96)为本实验流动相。

实验比较了 0.8 mL/min 与 1.0 mL/min 两种不同体积流量,主要待检色谱峰的峰型及分离度均无显著差异,但因为体积流量慢而导致了洗脱时间长,在 0.8 mL/min 下出峰时间延缓。为提高实验效率,选择 1.0 mL/min。

结果表明,麻黄炮制后盐酸麻黄碱有不同程度的下降。由于盐酸麻黄碱是仲胺衍生物,具有挥发性,而麻黄的炮制过程均要经过加热处理,高温条件使盐酸麻黄碱挥发,使有所减少。但该成分的减少与麻黄炮制后缓和发汗作用及增强止咳平喘功效之间的相关性,以及麻黄不同炮制品种由于成分变化不同而可能导致的药效差异等,还有待于进一步研究。

参考文献:

[1] 林 凯,范 琦. RP-HPLC 法测定麻黄中麻黄碱、伪麻黄碱和甲基麻黄碱[J]. 中草药, 2006, 37(2): 282-283.

[2] 何夏秋,贺建华. 麻黄正交提取工艺的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2005, 11(1): 1-2.

[3] 李红霞,丁明玉,吕 琨,等. 高效液相色谱法测定麻黄及其制剂中的麻黄类生物碱和川芎嗪[J]. 色谱, 2001, 19(2): 161-163.

[4] 符继红. 新疆不同产地麻黄草中有效成分提取研究[D]. 乌鲁木齐: 新疆医科大学, 2003.