

# 千柏鼻炎颗粒质量标准的研究

陈师农 孙 备 马 玲 张 毅 吕 凌(安徽省药物研究所 合肥 230022)

**摘要** 采用双波长薄层扫描法测定了千柏鼻炎颗粒中麻黄的有效成分麻黄碱的含量;采用薄层层析法对千里光、麻黄、羌活、决明子进行了定性鉴别。方法简便,专属性强,重现性好,可作为千柏鼻炎颗粒的质量控制。

**关键词** 千柏鼻炎颗粒 麻黄碱 薄层扫描法

## Quality Standard of Qianbai Biyan Granules

Chen Shinong, Sun Bei, Ma Ling, Zhang Yi, Lu Ling

(Anhui Institute of Pharmacy, Hefei, 230022)

**Abstract:** The quantity of active component-ephedrine of Herba Ephedrae in Qianbai Biyan Granules was determined using dual wavelength TLC-scanner. Senecio Scandens Buch, Herba Ephedrae, Rhizome Seu Radix Notopterygii, Semen Cassiae were qualitatively identified by TLC. The above methods appeared to be simple, reproducible with a high specialization, and can be used as a quality control standard for this preparation.

**Key words:** Qianbai Biyan Granule, ephedrine, TLC-scanner

千柏鼻炎颗粒为中国药典1995年版一部所载千柏鼻炎片改制而成,由千里光、卷柏、羌活、决明子、麻黄、川芎、白芷等7味中药组成。功能清热解毒、活血祛风。用于治疗急慢性鼻炎、鼻窦炎、咽炎。为控制其制剂的质量,在质控上有新的突破,故增加了TLC鉴别和TLCS的定量,可供新老制剂质控的参考。

### 1 仪器和试剂、样品

双波长薄层扫描仪,日本岛津CS-9000型。硅胶G薄层板、硅胶254薄层板,青岛海洋化工厂生产。标准品盐酸麻黄碱、大黄素,对照药材千里光、麻黄、羌活、决明子均购自中国药品生物制品检定所。所用试剂均为分析纯。千柏鼻炎颗粒、阴性样品,均由安徽省药物研究所中药室提供。

### 2 薄层鉴别

**2.1** 取样品10g,研细,加乙醇25ml,置水浴上加热回流1h,滤过,滤液浓缩至干,残渣加乙醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取千

里光对照药材25g,加水煎煮1h,滤过,滤液浓缩成稠膏,加乙醇40ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法<sup>[1]</sup>试验。吸取上述两种溶液各3 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以三氯化铁试液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图1。

**2.2** 取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法<sup>[1]</sup>试验,吸取对照品溶液和含量测定项下的供试品溶液各5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-浓氨水(20:5:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,热风吹至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图2。

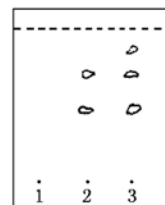


图1 千里光的薄层层析图

1. 阴性对照品  
2. 样品  
3. 千里光对照药材

**2.3** 取样品 30g, 研细, 加石油醚(60~90℃)50ml, 于水浴上回流 1h, 滤过, 滤液挥干, 残渣加石油醚(60~90℃)2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取羌活对照药材 0.5g, 加石油醚(60~90℃)20ml, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法<sup>[1]</sup>试验, 吸取上述两种溶液 4 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-苯-醋酸乙酯(4:2:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。见图 3。

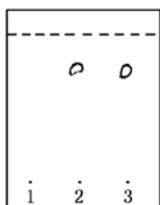


图 2 麻黄的薄层层析图  
1. 阴性对照品 2. 样品 3. 麻黄对照药材

**2.4** 取样品 10g, 加浓盐酸 5ml 与氯仿 40ml, 置水浴上加热回流 1h, 放冷, 滤过, 滤液置分液漏斗中, 加水洗涤 3 次, 每次 20ml, 氯仿液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇 2ml, 使溶解, 滤过, 滤液作为供试品溶液。另取大黄素对照品, 加甲醇制成每 1ml 中含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法<sup>[1]</sup>试验, 吸取上述两种溶液各 5 $\mu$ l, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的橙色荧光斑点; 置氨气中熏后, 斑点变为红色。见图 4。

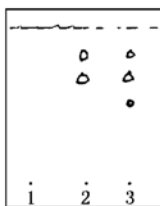


图 3 羌活的薄层层析图  
1. 阴性对照品 2. 样品 3. 羌活对照药材

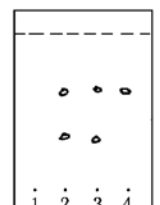


图 4 决明子的薄层层析图  
1. 阴性对照品 2. 样品 3. 决明子对照药材 4. 大黄素标准品

**3 麻黄碱含量测定**

**3.1 层析条件** 高效硅胶 G 薄层板。展开剂 氯仿-甲醇-氨水(20:5:0.5)。显色剂 茚三酮试液。

**3.2 薄层扫描测定条件** 双波长反射锯齿扫描, 狭缝 1.2mm×1.2mm,  $S_X=3$ , 测定波长  $\lambda_S=510\text{nm}$ ,  $\lambda_R=435\text{nm}$ , 外标两点法定量。

**3.3 线性关系的考察** 精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液(0.49mg/ml, 无水甲醇)1, 2, 3, 4, 5, 6 $\mu$ l 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开、显色, 盖上玻璃板并用透明胶布将四周固定, 扫描测定。盐酸麻黄碱对照品点样量 C 为横坐标, 相应斑点积分值 A 为纵坐标, 绘制标准曲线, 经计算, 得回归方程为:  $A=36771.07+47567.99c$ ,  $r=0.998$ , 结果盐酸麻黄碱的量在 0.49~2.94 $\mu$ g 范围内具有良好的线性关系。

**3.4 稳定性试验** 将以上盐酸麻黄碱层析斑点, 每隔 30min 同条件重复扫描 1 次。结果 3h 以内基本不变。平均峰面积  $\bar{x}=81946$ ,  $RSD=0.16\%$ 。

**3.5 精密度试验** 在同一薄层板上点 5 个相同量的供试品溶液, 展开, 扫描测定。经统计学处理, 计算平均峰面积  $\bar{x}=102556.8$ , 相对标准偏差  $RSD=0.91\%$ 。

**3.6 重现性试验** 将同一批号的样品(960708)依含量测定项下方法重复测定 6 次。经统计学处理, 计算平均峰面积  $\bar{x}=101094$ , 相对标准偏差  $RSD=1.16\%$ 。

**3.7 回收率试验** 取已知含量的同一批号样品 5 份, 每份约 4g, 研细, 精密称定, 分别加入一定量的盐酸麻黄碱对照品, 按样品含量测定方法测定, 结果见表 1。

表 1 盐酸麻黄碱加样回收率试验

试验序号	加入量 (mg)	样品中含量 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
1	1.600	1.651	3.1406	93.1		
2	1.600	1.652	3.2124	96.9		
3	1.600	1.648	3.2128	97.8	95.1	2.22
4	1.600	1.645	3.1410	93.5		
5	1.600	1.679	3.1862	94.2		

**3.8 供试品的制备与测定** 取样品 8g, 研细, 精密称定, 置索氏提取器中, 加浓氨水试

液 2ml, 放置 2h, 加乙醚适量, 置水浴上加热回流 8h, 提取液回收乙醚至干。残渣加甲醇分次溶解, 滤过, 滤液定量转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。准确吸取供试品溶液 2 $\mu$ l 及标准品溶液 2 $\mu$ l 和 4 $\mu$ l, 分别交叉点于同一薄层板上, 依法展开、测定, 测得 10 批样品中的麻黄碱含量从 0.364~0.416mg/g。由此限定本品每 g 颗粒中所含麻黄碱不得少于 0.3mg。

## 4 讨论

**4.1** 按照中药新药研制的规定, 应选方中贵重药材或主药为定性、定量的对象。原片剂中仅有千里光 1 味中药进行了薄层定性鉴别<sup>[1]</sup>。本品除保留千里光薄层定性鉴别外, 增加了麻黄、决明子、羌活薄层定性鉴别, 4 味中药均作了阴性对照。经多次摸索试验, 证实这几种鉴别方法具有操作简便、干扰小、重现性好等特点。

**4.2** 麻黄的主要成分为生物碱, 约占 1~

2%, 其中有麻黄碱、伪麻黄碱等。其麻黄碱在药材中含量, 约占生物碱总量的 40~90%, 为主要有效成分。有关麻黄碱的含量测定, 文献报道的有经典的中和法、溴麝香草酸兰的比色法、薄层扫描法等。由于本品中还存在着其它生物碱成分, 所以采用薄层扫描法测定该品中麻黄碱的含量, 具有简便、快捷、准确的特点, 适合于含有麻黄碱的复方制剂中麻黄碱的测定<sup>[2]</sup>, 以此作为产品质量控制的重要依据。

## 参考文献

- 1 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部. 广州: 广东科技出版社, 1995. 338
- 2 郎朗, 范晓哲, 李勋, 等. 中药复方制剂小青龙冲剂中麻黄碱的含量测定. 中成药研究, 1988, 10(8): 14

(收稿: 1998-06-08)