

# 五虎汤中伪麻黄碱、麻黄碱溶出率的测定

曲戈霞, 何蓉蓉, 于红, 邱峰  
(沈阳药科大学, 辽宁 沈阳 110016)

**摘要:**目的: 测定中药复方五虎汤中伪麻黄碱、麻黄碱的溶出率。方法: 用 50% 甲醇水超声提取样品, 在 ODS 柱上以 40% 乙腈-水(以  $H_3PO_4$  调 pH 为 2.2, 加 0.5% 的 SDS) 为流动相, 在波长 210nm 处紫外检测。结果: 测得麻黄碱、伪麻黄碱的溶出率分别为 86.3%、89.4%。结论: 中药复方五虎汤中伪麻黄碱、麻黄碱有较高的溶出率。

**关键词:** 伪麻黄碱; 麻黄碱; 溶出率

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)05-0010-03

五虎汤是辛凉解表传统良方, 源自《证治汇补》, 可宣肺涤痰、缓急平喘、清热解毒、泄下痰浊。五虎汤由七味中药组成, 麻黄 12g、杏仁 12g、石膏 40g、甘草 9g、桑白皮 15g、生姜 15g、细辛 5g<sup>[1]</sup>。该方药效显著。我们实验组前期工作研究也验证了该复方的止咳平喘、化痰作用<sup>[2]</sup>, 并且通过大鼠灌胃“五虎汤”后体内化学成分的分析搞清了麻黄碱、伪麻黄碱等成分为复方五虎汤的药效物质基础<sup>[3]</sup>。本实验用 HPLC 法测定五虎水煎液及麻黄药材中伪麻黄碱和麻黄碱的含量, 并计算了它们的溶出率, 为五虎汤的深入研究奠定了基础。

## 1 仪器与试剂

**1.1** SHIMADZU LC-10AT 色谱仪, SHIMADZU SPD-10AVP 紫外可见检测器, 浙江智达 N2000 色谱工作站。盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱对照品(购自中国药品生物制品检定所), 五虎汤水煎液冻干粉 5 份(每份约 8.0g, 自制), 缺麻黄生药材的阴性冻干复方粉末(自制), 麻黄药材(购于沈阳市药房, 按药典检测药材合格)。乙腈(色谱纯), 水(液相用水), 磷酸、十二烷基磺酸钠(分析纯)。

## 2 方法与结果

**2.1** 色谱条件<sup>[4]</sup> Inertsil ODS-3  $C_{18}$  色谱柱(150mm  $\times$  4.6mm, 5 $\mu$ m),  $C_{18}$  预柱; 流动相: 乙腈: 水(40: 60) 加千分之五 SDS, 磷酸调 PH 为 2.2; 流速 1mL/min; 检测波长 210nm; 进样量 20 $\mu$ L。

## 2.2 溶液的制备

**2.2.1** 对照品溶液的制备 精密称取经减压干燥至恒重的盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱对照品各 0.01g 置 25mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇制成含 200 $\mu$ g/mL 的伪麻黄碱、麻黄碱混合的对照品储备液。

**2.2.2** 复方供试品溶液的制备 精密称取减压干燥至恒重的五虎汤水煎液冻干粉 0.1g, 置 10mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇溶液使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

**2.2.3** 阴性供试品溶液制备 称取按相同提取工艺制成的不含麻黄药材的冷冻干燥粉末, 按 2.2.2 法制成阴性供试溶液。

**2.2.4** 麻黄药材供试品溶液的制备 精密称取麻黄细粉(过 40 目筛) 约 0.8g 5 份, 置 100mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇溶液 90mL, 超声提取 40min, 取出, 放冷, 加 50% 甲醇溶液至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

**2.3** 方法可行性考察 取上述四种溶液, 在前述色谱条件下进样 20 $\mu$ L, 结果见图 1~ 图 3。可见阴性供试品对其测定无干扰。

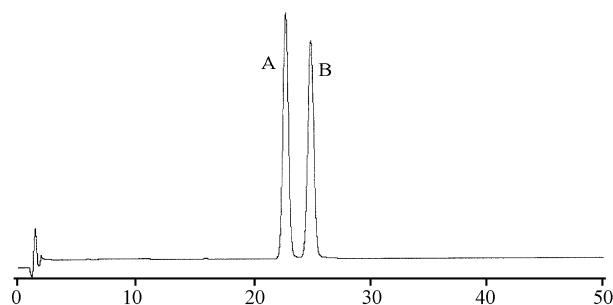


图 1 伪麻黄碱、麻黄碱对照品的液相色谱图

A 为伪麻黄碱、B 为麻黄碱

**2.4** 标准曲线制备 分别精密吸取对照溶液储备液 1、2.5、5、7.5、10mL 置 10mL 容量瓶中加 50% 甲醇

收稿日期: 2004-08-13

基金项目: 辽宁省自然科学基金重大项目(No. 2001101009); 国家中医药管理局归国人员择优项目(No. 2202-14)

通讯作者: 邱峰, Tel: (024) 23993994, E-mail: fengqiu2000@163.net

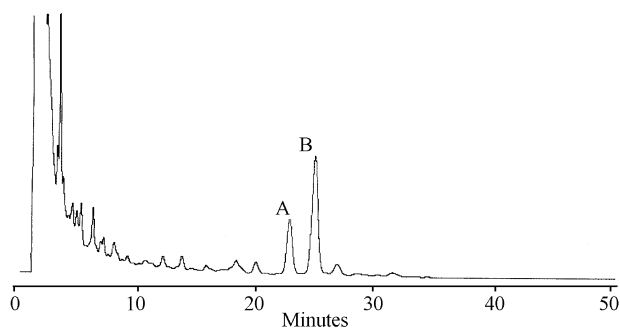


图 2 复方供试品的液相色谱图  
A 为伪麻黄碱 B 为麻黄碱

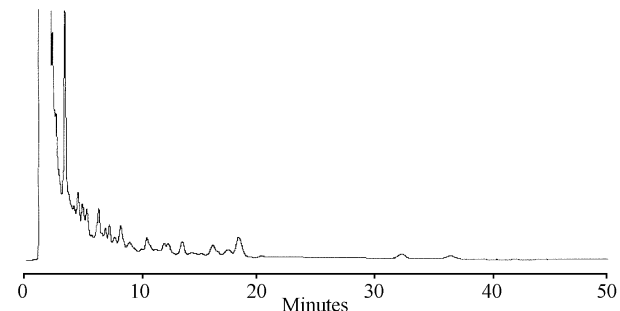


图 3 缺麻黄的阴性供试品的液相色谱图  
A、B 处无干扰

至刻度。各进 5 针, 每针 20 $\mu$ L, 按上述色谱条件测定峰面积。以平均峰面积为纵坐标, 样品浓度( $\mu$ g/mL)为横坐标进行线性回归计算, 得到伪麻黄碱回归方程为  $Y = 43205X - 11571$ ,  $r = 0.9999$ , 线性范围 0.4 ~ 4 $\mu$ g。麻黄碱的回归方程为  $Y = 41110X - 11331$ ,  $r = 1.000$ , 线性范围 0.4 ~ 4 $\mu$ g。

**2.5 精密度试验** 取 50 $\mu$ g/mL 浓度的对照品溶液 20 $\mu$ L, 连续进样 5 针, 伪麻黄碱峰面积 RSD = 0.66%, 麻黄碱峰面积 RSD = 0.45%。可见精密度良好。

**2.6 稳定性试验** 取 10mg/mL 的样品溶液, 每 2h 进样, 连续 5 次, 伪麻黄碱峰面积 RSD = 0.41%, 麻黄碱峰面积 RSD = 0.36%。可见该复方中这两个成分在 10h 内稳定。

**2.7 回收率试验** 精密称取 0.0800g、0.1000g、0.1200g 的已知伪麻黄碱、麻黄碱含量的复方供试品各三份, 分别加入 2.5mL 200 $\mu$ g/mL 的对照品溶液, 按照复方供试品溶液的制备方法配制成溶液, 在前述色谱条件下进行测定, 算回收率(结果见表 1、表 2)。

**2.8 样品的测定** 分别精密吸取五虎汤供试品溶液和麻黄药材供试品溶液各 20 $\mu$ L, 按上述色谱条件测定峰面积, 代入标准曲线, 计算, 5 份复方中含盐酸伪麻黄碱平均值为 41.3mg, 含盐酸麻黄碱平均值为 100.3mg(见表 3)。

表 1 伪麻黄碱的回收率结果( $n = 9$ )

编号	样品中的含量(mg)	加入量(mg)	检出量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.380	0.500	0.878	99.5		
2	0.380	0.500	0.878	99.5		
3	0.380	0.500	0.877	99.2		
4	0.475	0.500	0.962	97.3		
5	0.475	0.500	0.969	98.7	99.1	0.07
6	0.475	0.500	0.974	99.8		
7	0.570	0.500	1.067	99.5		
8	0.570	0.500	1.068	99.6		
9	0.570	0.500	1.065	99.1		

表 2 麻黄碱的回收率结果( $n = 9$ )

编号	样品中的含量(mg)	加入量(mg)	检出量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.940	0.50	1.460	102.1		
2	0.940	0.50	1.441	100.1		
3	0.940	0.50	1.430	99.0		
4	1.175	0.50	1.664	99.0		
5	1.175	0.50	1.664	99.0	99.0	1.5
6	1.175	0.50	1.665	99.1		
7	1.410	0.50	1.861	96.6		
8	1.410	0.50	1.891	98.6		
9	1.410	0.50	1.869	97.1		

表 3 五虎汤复方冷冻干燥粉末中盐酸伪麻黄碱、盐酸麻黄碱的含量

复方编号	盐酸伪麻黄碱(mg)	平均值(mg)	RSD(%)	盐酸麻黄碱(mg)	平均值(mg)	RSD(%)
1	40.5			99.1		
2	40.8			98.7		
3	41.5	41.3	1.92	102.4	100.3	1.45
4	42.7			101.6		
5	40.8			99.6		

5 份药材样品伪麻黄碱平均含量为 0.31% (即 12g 麻黄药材含伪麻黄碱 37.7mg, 以盐酸伪麻黄碱计 46.2mg); 麻黄含麻黄碱平均含量为 0.79% (即 12g 麻黄生药含麻黄碱 94.6mg, 以盐酸麻黄碱 116.1mg)。所以伪麻黄碱溶出率为 89.2%, 麻黄碱溶出率为 86.4%。

### 3 讨论

流动相中 pH 为 2.2 的酸性条件下, 生物碱成盐, 离子对 SDS 与生物碱盐类生成离子对而掩蔽生

物碱的碱性基团,使之不会与固定相表面的硅醇基作用,可使不同结构、不同碱性的生物碱类成分均能在较短的保留时间内得到很好的分离,色谱有重现性,也不拖尾。

经加样回收试验及精密度试验,认为该 HPLC 法不经分离,直接测定伪麻黄碱、麻黄碱的溶出率,方法简单,结果可靠。

本实验在预试时,参考文献[4]用流动相提取,测得麻黄药材中伪麻黄碱含量为 0.17%、麻黄碱含量为 0.55%;后改用 50% 的甲醇水提取<sup>[5]</sup>,测得麻黄药材中伪麻黄碱含量为 0.31%、麻黄碱含量为 0.79%。说明本实验中采用的提取溶剂效果较理想。同时提醒我们在测定药材和复方中麻黄碱和伪麻黄碱的含量时应充分注意提取溶剂对两者提取率

的影响。

#### 参考文献:

- [1] 赖天松. 临床方剂册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1992. 28.
- [2] 邹莉波, 崔亮, 邱峰, 等. 五虎汤止咳平喘作用的实验研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2002, 8(5): 38.
- [3] 崔亮, 邱峰, 鹿野美弘, 等. 大鼠灌胃“五虎汤”后尿中挥发性成分的分析[J]. 中国中药杂志, 2003, 28(2): 147-149.
- [4] 中国医学科学院, 中国协和医科大学药物研究所, 日本大正制药株式会社. 常用中草药高效液相色谱分析[M]. 北京: 科学出版社, 1999. 79-83.
- [5] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997. 151-156.