

• 质量标准 •

# 高效液相色谱法测定麻杏石甘汤超微粉中麻黄碱及伪麻黄碱的含量

边宝林, 司南, 杨健

(中国中医研究院中药研究所, 北京 100700)

**摘要:** 目的: 建立麻杏石甘汤中麻黄碱与伪麻黄碱的 HPLC 分离及测定方法; 方法: HPLC 条件: YMC ODS-C<sub>18</sub> 4 $\mu$ m  $\times$  150mm, 流动相: H<sub>2</sub>O-CH<sub>3</sub>CN-SDS-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (650: 350: 5: 1), 柱温: 50  $^{\circ}$ C, 检测波长: 210nm, 流速: 1.5mL/min; 结果: 在该分离条件下, 可以将麻黄碱与伪麻黄碱分离, 并可以同时测定; 结论: 建立了麻黄碱与伪麻黄碱在麻黄药材以及麻杏石甘汤中的 HPLC 色谱分离及测定方法。

**关键词:** 高效液相色谱法; 麻杏石甘汤制剂; 麻黄碱、伪麻黄碱

**中图分类号:** R284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2005)05-0008-02

麻杏石甘汤, 全方由麻黄、杏仁、甘草、石膏四味组成, 为清热解毒之良药, 对于外感发热等症具有良好的效果, 具有一定的开发价值<sup>[4]</sup>。经过对大量文献的查阅, 未发现对麻杏石甘汤中成分进行质量控制的报道。麻杏石甘汤中麻黄为君药。其中主要成分是麻黄碱 (Ephedrine) 及伪麻黄碱 (*d*-Pseudoephedrine)<sup>[3]</sup>, 我们采用 HPLC 的方法对麻杏石甘汤中麻黄碱以及伪麻黄碱进行定量分析。

## 1 仪器与材料

**1.1 麻杏石甘汤** 处方出自《伤寒论》, 处方组成: 麻黄 30g, 杏仁 8g, 石膏 60g, 甘草 15g。

**1.2 仪器** 安捷伦 1100 型高效液相色谱仪, 济南倍力粉碎机, 倾斜式高速万能粉碎机 (天津市泰斯特仪器有限公司), LD5-2A 型低速离心机 (北京医用离心机厂), DZKW-D 水浴锅 (河北省黄骅航天仪器厂)。

**1.3 药品试剂** 麻黄药材及麻杏石甘汤超微粉末由中国中医研究院中药研究所分析室王跃生教授提供 (同仁堂提供药材, 用济南倍力粉碎机粉碎并过筛), 对照品盐酸麻黄碱 (批号 0090-9801) 购于中国药品生物制品检定所、盐酸伪麻黄碱 (批号 1237-9601) 购于国家麻醉品实验室, 甲醇 (优级纯) (北京化工厂), 磷酸 (分析纯) (北京化工厂), 十二烷基硫

酸钠 (SDS) (化学纯) (北京市旭东化工厂), 乙腈 Lajota, 8608016-Baocelona, SPAIN。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: YMC ODS-C<sub>18</sub> (150mm  $\times$  4.6mm, 4 $\mu$ m), 流动相: H<sub>2</sub>O-CH<sub>3</sub>CN-SDS-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (650: 350: 5: 1), 柱温: 50  $^{\circ}$ C, 检测波长: 210nm, 流速: 1.5mL/min。

**2.2 对照品溶液的制备及测定** 精密称取盐酸麻黄碱 3.054mg, 盐酸伪麻黄碱 3.052mg, 共同置于 10mL 容量瓶中, 加入流动相定容, 0.22 $\mu$ m 微孔滤膜滤过, 即得。

取以上供试品溶液 5 $\mu$ L 进样, 测定峰面积, 外标法计算麻黄碱和伪麻黄碱的含量, 测定结果见图 1。

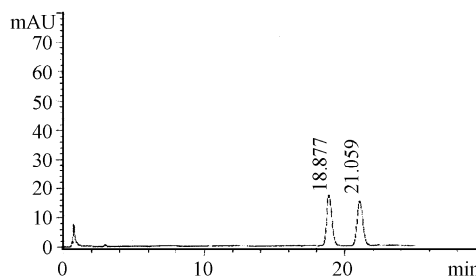


图 1 麻黄碱与伪麻黄碱对照品

(麻黄碱 Rt= 21.059 伪麻黄碱 Rt= 18.887)

**2.3 供试品溶液的制备及测定** 精密称取样品微粉 0.5g 加入流动相 25mL, 水浴加热回流 15min, 放冷, 低速离心机 5000r/min 离心 5min, 取上清液置于 50mL 容量瓶中加流动相至刻度, 定容。0.22 $\mu$ m 微孔滤膜滤过, 即得。

分别取以上供试品溶液 5 $\mu$ L 进样, 测定峰面积, 外标法计算麻黄碱和伪麻黄碱的含量, 测定结果见表 1(图 2)。

表 1 供试样品的含量测定

供试品(粉碎目数)	含量(mg/g)	
	麻黄碱	伪麻黄碱
麻黄饮片粉末(40)	11.80	3.86
麻杏石甘汤(300)	2.96	0.93
麻杏石甘汤(500)	3.16	1.07
麻杏石甘汤(1000)	3.04	0.99

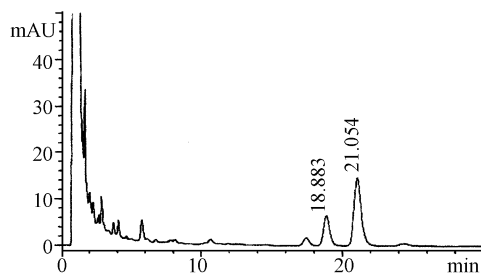


图 2 麻杏石甘汤微粉样品

**2.4 线性关系考察** 以上对照品溶液分别取 0.5、1.2、4.8 $\mu$ L 注入高效液相色谱仪中, 进样次数各 3 次, 按上述色谱条件测定峰面积值, 以峰面积分别对盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱的量作图, 绘制标准曲线, 计算回归方程为—麻黄碱:  $Y = 1400.46X + 20.06737$ ,  $r = 0.99996$ ; 伪麻黄碱:  $Y = 1423.12558X + 19.53345$ ,  $r = 0.99996$ 。表明麻黄碱与伪麻黄碱均在 0.16~2.45 $\mu$ g 具有良好的线性关系。

**2.5 精密度试验** 取对照品溶液, 重复进样 5 次, 麻黄碱峰面积的相对标准偏差(RSD%)为 1.8%, 伪麻黄碱峰面积的相对标准偏差(RSD%)为 1.7%。

**2.6 稳定性试验** 取供试品溶液分别于 1、2、4、8、12h 进样 5 $\mu$ L, 麻黄碱峰面积的相对标准偏差(RSD)为 1.3%, 伪麻黄碱峰面积的(RSD)为 1.2%。

**2.7 回收率试验** 精密称取同一粉碎度样品(麻杏石甘汤 500 目)0.5g  $\times$  5 份, 取一份作为空白, 另外两份中分别加入一定量的盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱对照品, 按供试品溶液的制备方法处理并测定, 结果见表 2。

表 2 麻黄碱和伪麻黄碱的回收率

样品编号	称样量(g)	对照品加入量(mg)		测定量(mg)		平均回收率(%)	
		麻黄碱	伪麻黄碱	麻黄碱	伪麻黄碱	麻黄碱	伪麻黄碱
1	0.5006	1.116	1.009	2.681	1.534		
2	0.5067	1.146	1.019	2.745	1.535		
3	0.5012	1.125	1.022	2.541	1.556		
4	0.5043	1.150	1.004	2.699	1.528	98.10	99.04
5	0.5009	1.108	1.015	2.672	1.538		
空白	0.5053	—	—	1.597	0.541		

RSD%: 麻黄碱 1.23%; 伪麻黄碱 0.78%。

### 3 讨论

在预试验过程中, 我们先后探索了: 3 种不同流动相比例条件: ①H<sub>2</sub>O-CHCN-SDS-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(680: 320: 5: 1); ②H<sub>2</sub>O-CH<sub>3</sub>CN-SDS-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(650: 350: 5: 1); ③H<sub>2</sub>O-CH<sub>3</sub>CN-SDS-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(500: 500: 5: 1)。

多根不同厂家不同型号的色谱柱: YWG C<sub>18</sub>(250mm  $\times$  4.6mm, 10 $\mu$ m)、SGE C<sub>18</sub>(250mm  $\times$  4.6mm, 5 $\mu$ m)、Alltech C<sub>18</sub>(250mm  $\times$  4.6mm, 5 $\mu$ m)、YMC C<sub>18</sub>(150mm  $\times$  4.6mm, 4 $\mu$ m)。最终确定 YMC C<sub>18</sub>(150mm  $\times$  4.6mm, 4 $\mu$ m) 色谱分析柱 H<sub>2</sub>O-CH<sub>3</sub>CN-SDS-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(650: 350: 5: 1), 柱温: 50 $^{\circ}$ C, 检测波长: 210nm, 流速: 1.5mL/min 对于麻黄碱以及伪麻黄碱的分离效果最理想。在此条件下能使麻黄碱与伪麻黄碱在麻黄药材及其中药复方制剂——麻杏石甘汤中达到良好的分离效果, 并且在液相条件下 HPLC 色谱图中未见干扰峰。

### 参考文献:

- [1] 原田正敏, 成川一郎, 森一美. 繁用生薬の成分定量—天然薬物分析データ集[M]. 日本东京: 廣川书店, 平成元年. 337~347.
- [2] 中国药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化工出版社, 2000. 262.
- [3] 肖培根, 李大鹏, 杨世林. 新编中药志[M]. 北京: 化学工业出版社, 2001. 299~301.
- [4] 许济群, 王绵之, 李飞. 方剂学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1983. 25~26.