

薄层扫描法测定小儿炎咳舒口服液中盐酸麻黄碱的含量

楚 敏, 吴爱英, 张春辉(青岛市药品检验所, 青岛 266071)

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)02-0018-02

小儿炎咳舒口服液是由麻黄, 大青叶, 赤芍, 大黄, 前胡, 地骨皮, 黄芩等组成, 具有宣肺平喘之功效。临床用于治疗小儿咳喘。方中君药麻黄的主要成分为麻黄碱。复方制剂中盐酸麻黄碱的定量分析, 文献报道有紫外分光光度法^[1]、导数分光光度法^[2]、酸性染料比色法^[3]等, 因处方组成药味多, 成分复杂无法排除干扰, 用薄层扫描法测定结果表明, 本法具有灵敏, 准确, 重现性好等优点。可用于控制本品的内在质量。

1 仪器和试剂

CS-9301 薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(美国产); CAMAG 薄层铺板仪; 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 盐酸麻黄碱(中国药品生物制品检定所)。试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备 精密吸取本品 20ml, 置分液漏斗中, 加浓氨 1ml 使成碱性, 用乙醚-乙醇(2:1)混合液提取 6 次(20, 20, 20, 20, 10, 10ml), 至无生物碱反应, 合并提取液, 置蒸发皿中蒸干, 残渣加甲醇溶解, 并转移至 5ml 容量瓶中, 用乙醇定容至刻度, 混匀, 作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取盐酸麻黄碱对照品, 置 10ml 容量瓶中, 加乙醇定容至刻度, 制成 1.5mg/ml 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 薄层层析与扫描条件 薄层条件: 吸附剂为硅胶 G 板, 以氯仿-甲醇-浓氨试液(20:4:0.5)为展开剂, 喷 1% 茛三酮乙醇溶液, 105℃ 烘约 10min, 至斑点显色清晰, 显色后盖一同样大小的玻璃板, 用胶布固定。扫描条

件: 双波长反射法线性扫描; $\lambda_s = 525\text{nm}$, $\lambda_R = 700\text{nm}$, 狭缝 $0.4 \times 16\text{mm}$; $S_X = 3$ 。^[4]

2.4 线性关系考察 分别精密吸取对照品溶液 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 μl , 点于同一硅胶 G 薄层板上, 展开, 显色。扫描测定峰面积, 以峰面积为纵坐标, 点样量为横坐标, 绘制标准曲线。结果表明, 盐酸麻黄碱在 1.5~9.0 μg 间呈线性关系。回归方程为 $Y = 457.1237x + 209.4706$, $r = 0.9993$ 。

2.5 精密度试验 同一斑点连续重复扫描测定 5 次, 各次测定峰面积值的 RSD 为 0.29%, 同一供试品溶液在同一薄层板上点 5 个点, 测定结果 RSD 为 1.15%, 同一供试品溶液在 5 块薄层板上点样, 测定结果 RSD 为 2.55%。

2.6 稳定性试验 同一斑点显色后, 每隔 30min 测 1 次, 共 5 次, RSD 为 1.14%, 即盐酸麻黄碱显色后 2.5h 内稳定。

2.7 回收率试验 取已测定含量的样品 10ml, 定量加入盐酸麻黄碱对照品, 依法测定, 测定结果见表 1。

表 1 盐酸麻黄碱回收率测定结果

| 样品中 含量(mg) | 加入量 (mg) | 测定结果 (mg) | 回收率 (%) | \bar{x} (%) |
|---------------|-------------|--------------|------------|------------------|
| 7.12 | 6.10 | 12.94 | 97.9 | |
| 7.12 | 6.35 | 13.20 | 98.0 | |
| 7.12 | 6.23 | 13.10 | 98.1 | 98.44 |
| 7.12 | 6.50 | 13.45 | 98.7 | |
| 7.12 | 6.25 | 12.30 | 99.5 | |

2.8 样品测定 精密吸取供试品溶液 2 μl , 对照品溶液 2、4 μl , 分别点于同一薄层板上,

(下转第 54 页)

(上接第 18 页)

展开,显色,在薄层板上覆盖同一大小的玻璃板,用胶布固定,扫描测量供试品与对照品的峰面积,计算其含量,3批样品分别含麻黄碱 0.732, 0.712, 0.708(mg/ml)。

3 讨论

显色剂用量影响扫描测定峰面积,显色剂用量应准,应喷匀,每次喷量应一致。

显色后的斑点在空气中易褪色,必须立即覆盖玻璃板。

参考文献:

[1] 梁 祈,余煜棉,等. CPA 矩阵紫外分光光度法

同时测定息喘灵片中各组分的含量[J]. 中国药科大学学报, 1992, 23(2): 10

[2] 崔颜萍,刘珊珊. 导数光谱法测定小儿化痰止咳冲剂中土根碱和盐酸麻黄碱的含量[J]. 中成药, 1994, 16(5): 17

[3] 朗 朗,范晓哲. 中药复方制剂小青龙冲剂中盐酸麻黄碱的测定[J]. 中成药, 1988, 2: 14

[4] 黄秉廉. 薄层扫描法测定止咳青果合剂中盐酸麻黄碱的含量[J]. 中成药, 1992, 14(6): 7

(收稿日期: 1999-04-22)