

表 1 加样回收率测定结果

编号	取样量(mL)	样品中含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	10	0.16	0.99	1.142	99.3		
2	10	0.16	1.08	1.226	98.9		
3	10	0.16	0.87	1.044	101.4	99.4	1.2
4	10	0.16	0.75	0.893	98.1		
5	10	0.16	0.93	1.084	99.4		

### 2.11 样品含量的测定

按上述方法对 5 批样品进行含量测定,样品点样 5 $\mu$ L,对照品溶液各点样 1.3 $\mu$ L,其结果见表 2( $n=5$ )。

表 2 止咳清肺口服液中紫菀酮测定结果

批号	紫菀酮平均含量(mg/支)	RSD(%)
20020401	0.139	1.9
20020702	0.117	0.9
20020828	0.120	2.0
20020911	0.144	1.6
20021126	0.129	1.6

### 3 讨论

本实验采用中国药典 2000 年版一部的的方法<sup>[1]</sup>,结合实际情况考察发现药典所载方法完全适合止咳清肺口服液成品紫菀酮的含量测定,测定结果及回收率均满意。

根据所测得结果及原处方紫菀量,确定本品含紫菀酮每支不少于 0.10mg。

#### 参考文献:

[1] 中国药典 2000 年版. 一部[S],2000:281.

收稿日期:2002-12-28

## 清热止咳颗粒的定性鉴别

朱宁江, 江爱龙, 李 昆(武警江西省总队医院, 江西南昌 330001)

**摘要** 目的:探讨中药清热止咳颗粒定性鉴别方法。方法:采用薄层色谱法,将本品颗粒提取制备成供试品溶液,另取对照品按处方比例制备成对照溶液,点样于硅胶 G 薄层板,选择不同的展开剂,展开、取出晾干。结果:供试品色谱中在与对照品色谱相应位置上均显相同颜色斑点。结论:此方法用于该药品的质量定性鉴别可行,为临床提供安全有效,疗效稳定的药物。

**关键词** 清热止咳颗粒;定性;鉴别

中图分类号:R927

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)03-0169-02

清热止咳颗粒系根据我院临床医生的临床经验总结并结合中医药理论,选用麻黄、黄芩、牛蒡子、杏仁、甘草、石膏等组方而成,并经科学加工而成中药颗粒剂,功能为清热、宣肺、平喘,临床用于外感引起的发热恶寒、咳嗽痰黄、气促喘息等症,获较好疗效。为了更好地控制本产品质量,确保临床疗效,我们对本产品进行了质量标准研究,为临床提供安全有效、疗效稳定的药物。

### 1 仪器及材料

薄层自动铺板器(重庆)、三用紫外线分析仪(上海),SPU-1 自动喷雾显色仪(日本),微量毛细管(美国)。

黄芩苷对照品、盐酸麻黄碱对照品、牛蒡子对照药材、甘草对照药材(中国药品生物制品检定所提供)。清热止咳颗粒三批(批号分别为 990608、

990620、990625,由本院制剂室提供)。

### 2 方法及结果

#### 2.1 麻黄薄层层析

取本品颗粒 2 包(6g)加水 20mL 使溶解,加浓  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  混匀,用乙醚振摇提取 2 次,每次 20mL,合并乙醚液,蒸干、残渣加酸性甲醇 1mL(取 HCl 1mL,加甲醇至 20mL)溶解作为供试品溶液;另取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制成  $1\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的对照品溶液。按处方比例取除麻黄的其它药材,按本品制备工艺及供试品溶液制备方法操作,制备麻黄阴性对照溶液。分别吸取上述溶液各 5mL,点样于同一以 CMC-Na 为粘合剂的硅胶 G 薄层上以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-浓  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (10:4:2:0.3) 为展开剂,展开、取出、晾干,喷以茚三酮试液,105 $^{\circ}\text{C}$  烘呈斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照

品相应位置上无斑点。结果见图1。

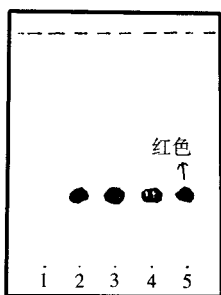


图1 麻黄 TLC 图

1-阴性 2,3,4-供试品 5-盐酸麻黄碱 茚三酮试液显色

### 2.2 黄芩薄层层析

取本品1包,加50%乙醇3mL,超声15min,静置,取上清液作为供试品溶液;另取黄芩苷对照品,加50%乙醇制成 $1\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液。按处方比例除去黄芩的其它药材,同法制成阴性对照溶液。分别吸取上述溶液各4mL,点样于同一硅胶G薄层板上,以乙醇乙酯-丁酮-醋酸-水(10:7:5:3)为展开剂,展开、取出、晾干,喷以10%  $\text{FeCl}_3$  乙醇溶液,供试品色谱中,在与对照品色谱相应位上均显相同色斑点;黄芩苷对照品在相应位上则无斑点,结果见图2。

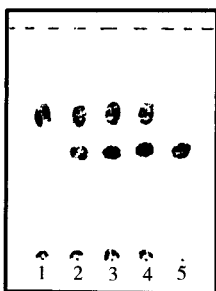


图2 黄芩 TLC 图

1-黄芩阴性 2,3,4-供试品  
5-黄芩苷对照品  $\text{FeCl}_3$  乙醇液显色

### 2.3 牛蒡子、甘草薄层层析

取本品2包,加乙醇30mL,超声提取30min,滤过、蒸干、残渣加乙醇2mL溶解,作为供试品溶液。

分别取牛蒡子对照药材1g,甘草对照药材1g,各加水适量煎煮30min,滤过,滤液蒸至近干,加硅藻土3g,拌匀,按供试品制备方法,分别制得牛蒡子和甘草对照药材溶液。另按处方比例,分别取不含

牛蒡子或甘草的其它药材,同对照药材溶液的制备方法,分别制成牛蒡子阴性对照溶液和甘草阴性对照溶液。分别吸取上述溶液各5mL,点样于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-浓  $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ (14:4:2:0.3)为展开剂,展开、取出、晾干。紫外灯光(365nm)下检视,供试品色谱中,在与甘草对照药材色谱相应位置上,显相同色荧光斑点;甘草阴性对照则不显斑点。再喷以10%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  乙醇溶液,105℃烘至斑点显色清晰,供试品色谱中,在与牛蒡子和甘草对照药材色谱相应位上,分别显相同色斑点,而各自的阴性对照在相应位上均不显斑点。结果见图3、图4。

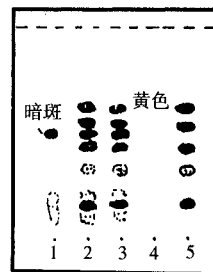


图3 牛蒡子、甘草 TLC 图

1-牛蒡子阴性 2-甘草阴性 3-供试品  
4-牛蒡子对照药材 5-甘草对照药材

紫外灯光(365nm)下检视

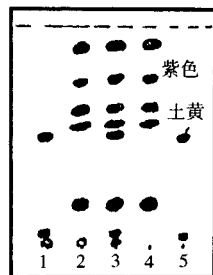


图4 牛蒡子甘草 TLC 图

1-牛蒡子阴性 2-甘草阴性 3-供试品  
4-牛蒡子对照药材 5-甘草对照药材 10%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  乙醇显色

### 3 讨论

用薄层层析法对复方的中药制剂进行定性鉴别,适用于生产单位的质量鉴别对照,由于中药复方制剂的化学成分比较复杂,所以做层析之前,应根据所测药物的化学特点来选择恰当的有机溶剂,只有这样才能得到最佳的层析结果。

收稿日期:2002-12-26

(上接第155页)

[6] 杨磊,周一平,陈惠英. 烧伤病人痂下水肿液内毒素的变化及临床意义[J]. 中国现代医学杂志,1999,9(增刊):99.  
[7] 唐明清,李家琪,章激,等. 用二次活性炭吸附消除20%甘露醇注射液对鲎试验法干扰的研究[J]. 中国药业,2001,10(8):10.

[8] 高国政,颜锦. pH值影响细菌内毒素测定的实验室研究[J]. 中国药学杂志,1998,33(3):162.  
[9] Roth RI, Levin FC, Levin J. Optimization of detection of bacterial endotoxin in plasma with the limulus test[J]. J Lab Clin Med, 1990, 116(2):153.  
收稿日期:2002-11-25