

## · 儿童用药 ·

## 小儿止咳冲剂的制备和质量控制

高家荣 (安徽中医学院附属医院, 合肥 230031)

项其正 (宣州市制药厂, 宣州 242000)

我院根据临床需要研制成的小儿止咳冲剂, 具有宣肺平喘、止咳化痰之功效。主要用于小儿呼吸系统感染, 经多年临床使用, 疗效显著。为了控制药品质量, 对其主药麻黄、杏仁、甘草进行了定性鉴别, 并用酸性染料比色法测定麻黄碱的含量。现将其制备方法、质量控制以及临床疗效报告如下。

## 1 制备

处方: 麻黄8.7%, 杏仁11.6%, 甘草7.2%, 细辛2.9%, 炒苏子14.5%, 紫菀11.6%, 冬花8.7%, 白前8.7%, 制半夏11.6%, 干姜5.8%, 陈皮8.7%。

制法: 按处方剂量准确称取药材, 加工后投入提取罐中, 用水提取二次, 滤液浓缩至相对密度约1.0左右, 冷后加入2倍量乙醇充分混匀, 放置过夜。次日取其上清液减压回收乙醇后, 再浓缩至稠膏的相对密度为1.30~1.35(80°C), 稠膏经真空低温干燥后粉碎得干浸膏粉。将干浸膏粉、淀粉、糖粉按一定比例置混合机中, 充分搅匀, 视室内温度和湿度情况加适量乙醇制粒, 80°C以下温度干燥, 整粒、分装即可。每克冲剂相当生药1.2g。

## 2 主要质量控制指标

2.1 鉴别 采用薄层色谱(TLC)法检出麻黄<sup>[1]</sup>、杏仁<sup>[2]</sup>、甘草<sup>[2]</sup>

2.1.1 取本品5g, 加甲醇100 ml, 振摇10 min, 冷浸10 h, 过滤, 滤液浓缩至2 ml作供试品溶液。取麻黄细粉500 mg, 加甲醇100 ml, 同上操作制成盐酸麻黄碱对照液; 同法制成缺麻黄的缺味对照液。

将上述三种溶液点于同一块硅胶G板上, 用正丁醇-乙醇-水(24:12:4), 并加几滴0.25%氢氧化钾溶液为展开剂; 2%水合茚三酮为显色剂, 结果供试品色谱在与盐酸麻黄碱对照液色谱相应的位置上显紫红色斑点(115°C显色), 缺味对照液在此位

置上不出现斑点。

2.1.2 取2.1.1供试品溶液作本项供试品溶液; 取杏仁细粉500 mg加甲醇100 ml按上法制成药材对照液, 同法制成缺杏仁的缺味对照液。取上述三种溶液分别点于同一块硅胶G板上, 用水饱和的氯仿-甲醇(2:1)展开, 取出, 凉干, 喷以4.5%羟胺乙醇溶液(盐酸羟胺14.0g, 加到20 ml蒸馏水中, 溶解后置冰浴中, 在搅拌下分次加无水碳酸钾细粉9.5g。待气体停止逸出时, 加乙醇80 ml, 在0°C再搅拌30 min并过滤, 滤液置冰箱中保存), 15 min后再喷以1.25%三氯化铁甲醇溶液。结果供试品液色谱在与药材对照液色谱相应的位置上显棕色斑点, 缺味对照液色谱在此位置上不出现斑点。

2.1.3 同上操作, 以正丁醇-3 mol/L氢氧化铵-乙醇(5:2:1)为展开剂; 10%硫酸甲醇液为显色剂, 结果供试品色谱在与药材对照液色谱相应的位置上显橙黄色斑点(105°C烘10 min), 缺味对照液在此位置上不出现斑点。

2.2 含量测定<sup>[3]</sup>

2.2.1 仪器和试剂 751型分光光度计(上海分析仪器厂); 盐酸麻黄碱(内蒙古赤峰制药厂、批号881002、含量99.66%, mp 218.7~219.5); 所用试剂均为分析纯。

## 2.2.2 方法与结果

标准液及供试品溶液的制备 用乙醇制成1 mg/ml盐酸麻黄碱标准液。取小儿止咳冲剂8g, 精密称定, 置100 ml容量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 为供试品溶液。

吸收光谱的测定 精密吸取供试品液3.0 ml, 标准液0.4 ml, 分别置分液漏斗中, 加磷酸盐缓冲液(pH7.5)10.0 ml, 溴麝香草酚蓝(0.1%)2.0 ml, 混匀。加入氯仿提取3次, 每次10 ml, 合并氯仿提取液置另一分液漏斗中, 加水30 ml洗一次, 轻

轻振荡,静置15 min后分取氯仿层置50 ml容量瓶中,加4%的硼酸乙醇液12.5 ml及乙醇至刻度。另取蒸馏水3.0 ml,同法操作作空白液,在422 nm波长处分别测定标准液及供试品液的吸收度,计算,即得供试液中麻黄碱的含量。规定每克冲剂中含麻黄碱不得少于1.10 mg。

**2.2.3 标准曲线制备** 取标准液0、0.4、0.8、1.2、1.6、2.0、2.4 ml,按吸收光谱F操作,以0为空白,测定吸收度,求得回归方程 $A = 1.4963C - 0.0521$ ,当被萃取液中麻黄碱的浓度在0.008~0.046 mg/ml时,线性关系较好, $r = 0.9990$ 。

**2.2.4 样品的含量测定** 取四个批号样品8 g,按前述方法测定,结果见表。

表 样品中麻黄碱的含量测定结果

批号	1	2	3	4
吸收值	0.446	0.468	0.425	0.431
含量(mg/g)	1.1668	1.2412	1.14 <sub>2</sub>	1.1462

### 3 临床应用

**治疗标准** 治疗后咳嗽和哮喘有声等症状消失、肺部罗音和哮喘音消失,为治愈;咳嗽和哮喘

有声等症状虽有发作,但次数明显减少或程度明显减轻,肺部罗音和哮喘音减少者,为有效;症状、体征无明显改善者,为无效。

**治疗结果** 临床观察251例,资料完整200例,其中男性138例,女性62例,年龄1~8 a。200例中治愈166例,有效30例,无效4例。总有效率为98%。

### 4 讨论与小结

薄层色谱对方中麻黄、杏仁、甘草的定性鉴别,方法简便,重现性好。在麻黄碱的含量测定中,精密度测三个批号,结果变异系数分别为0.014、0.010、0.060;加样回收试验,结果为100.50%;稳定性实验及干扰实验,结果比色液在4.0 h内稳定,冲剂中其它成分对测定无干扰。

### 参考文献

- 1 黄秉廉. 薄层扫描法测定止咳青果合剂中麻黄碱的含量. 中成药, 1992, 14(6):17
- 2 沙世炎, 徐礼桑等编. 中草药有效成分分析法. 上册. 北京: 人民卫生出版社, 1982:87, 133
- 3 莫如佳, 刘壁莹. 鼻炎康片中盐酸麻黄碱的含量测定. 药物分析杂志, 1991, 11(3):179

收稿日期: 1994-08-03