

表3 方差分析

方差来源	偏差平方和	自由度	均方	F值	P
A	0.0307	1	0.0307	74.70	<0.01
B	4.375×10^{-3}	1	4.375×10^{-3}	10.63	<0.05
C	7.325×10^{-3}	1	7.325×10^{-3}	17.81	<0.05
D	1.738×10^{-3}	1	1.738×10^{-3}	4.22	>0.05
E	3.25×10^{-5}	1	3.25×10^{-5}	0.079	>0.05
F	2.0×10^{-6}	1	2.0×10^{-6}	0.0049	>0.05
G	1.2×10^{-3}	1	1.2×10^{-3}	2.91	>0.05
e(误差)	1.235×10^{-3}	3	1.235×10^{-3}		

$$F_{0.01}(1,3)=34.11 \quad F_{0.05}(1,3)=10.13$$

3 小结

3.1 方差分析表明,提取溶媒对贝母碱的提取效果影响极显著,溶媒浓度、药材处理次之,提取时间、提取次数、粒度、溶媒量对结果几乎无影响。

3.2 从表2结果表明,提取效果最佳的第4

号($A_1B_2C_2D_2E_1F_1G_1$),即以95%乙醇提取3次,每次2h,碎粒提取,溶媒量6倍,药材不需10% Na_2CO_3 处理。计算选优为 $A_1B_2C_2D_2E_2F_1G_2$,即除溶媒9倍外,其余相同,但从表3看,溶媒量等对结果几乎无影响,可任取其一水平,从节约成本考虑,选择最佳提取工艺为 $A_1B_2C_2D_1E_1F_2G_1$,即以95%乙醇提取2次,每次1h,整粒提取,溶媒量6倍,药材不需10% Na_2CO_3 处理。

参考文献

- 1 中国医学科学院药物研究所等编.中药志(I).北京:人民卫生出版社,1982:93
- 2 刘舞霞,等.药物分析杂志,1990,10(2):114

(1998-07-17 收稿)

HPLC法测定蔓荆子黄素的含量

山东省药品检验所(济南250012) 王坤* 管玉民

摘要 以蔓荆子黄素为指标,用反相HPLC法测定了蔓荆子中的含量,实验采用 C_{18} 柱,以甲醇-0.4%磷酸溶液(60:40)为流动相,检测波长258nm,用外标法测定,回收率为98.18%, RSD 1.46%,线性范围0.15~0.75 μg 。本法快速简便,重现性好,为蔓荆子质量控制提供了可靠的依据。

关键词 蔓荆子 蔓荆子黄素 HPLC 含量测定

蔓荆子为单叶蔓荆 *Vitex trifolia* L. var. *simplicifolia* Cham 或蔓荆 *V. trifolia* L. 的干燥成熟果实,具有疏散风热,清利头目之功效^[1],是用于风热感冒头痛的常用药。至今为止,各版药典蔓荆子项下,均没有含量测定指标。蔓荆子黄素是蔓荆子的主要化学成分^[2],目前尚未见用HPLC测定蔓荆子黄素的含量报道。我们以蔓荆子黄素为指标对蔓荆子进行了含量测定,方法快速简便,重现性好,回收率为98.18%。

1 仪器与试剂

SP-8800 高效液相色谱仪,SP-200 型紫外检测,10 μL 标准定量进样环。蔓荆子黄素自提,经光谱鉴定,并经HPLC分析为单一峰,纯度为98.46%。所用试剂为色谱纯或分析纯,蔓荆子购于本地药店。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱4.6mm $\times$ 250mm C_{18} ,流动相甲醇-0.4%磷酸溶液(60:40),检测波长258nm,流速1.0mL/min,进样量10 μL ,柱温32 $^{\circ}C$,CS 0.25,衰减64。在此条件下蔓荆子黄素与样品中其它成分达到较好

* Address: Wang Kun, Shandong Provincial Institute for Drug Control, Jinan

的分离。

2.2 标准曲线的制备:精密称取干燥至恒重的蔓荆子黄素对照品 15 mg,置 100 mL 量瓶中,甲醇溶解定容,作为对照品溶液。分别精密吸取上述溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 置 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,照上述条件测定,以蔓荆子黄素的峰面积积分为纵坐标,蔓荆子黄素对照品的量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $C=2.225 \times 10^{-7}A-4.72 \times 10^{-4}$, $r=0.9999$ 。峰面积值与进样量的线性范围为 0.15~0.75 μg 。

2.3 样品的测定:取蔓荆子(中粉,过 4 号筛)2 g,置索氏提取器中,加石油醚(60℃~90℃)适量,回流提取 3 h,弃去石油醚液,挥干,加甲醇适量置水浴上回流提取 4 h,甲醇提取液浓缩至约 25 mL,定量转移至 50 mL 容量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀用 0.45 μm 滤膜过滤,分别吸取此液和对照品溶液(30 mg/mL)进样测定。计算含量为 0.075%($n=5$), $RSD=1.63\%$,结果见表 1。

表 1 样品测定结果

序号	样品中蔓荆子黄素的含量(%)	$\bar{x}(\%)$	$RSD(\%)$
1	0.074	0.075	1.63
2	0.075		
3	0.076		
4	0.073		
5	0.075		

2.4 回收率试验:精密称取已知含量的蔓荆子粉末约 1 g(含 0.075%蔓荆子黄素),加入蔓荆子黄素对照品 0.75 mg,按照样品测定项下进行处理,测定,计算回收率,结果平均回收率:98.18%, $RSD=1.46\%$ 。

2.5 精密度试验:在上述色谱条件下,对同一浓度的对照品溶液连续 6 次进样,得峰面积 $\bar{x}$ 为 1 392 487.5, RSD 为 0.945%。

2.6 重现性试验:按照样品测定方法,对同一批号样品进行 5 次平行试验,蔓荆子黄素的含量 RSD 为 1.72%。

2.6 稳定性试验:在室温条件下,将样品溶液在 1、2、3、4、12、24 h 进样测定,含量不变,说明样品溶液在 24 h 内稳定。

3 讨论

3.1 蔓荆子含有较多的油脂,蔓荆子黄素又不溶于石油醚,因此,用石油醚脱脂后有利于提取测定,石油醚提取液进样无蔓荆子黄素。

3.2 我们曾对超声、冷浸、加热回流等提取方法进行比较,结果,以索氏提取器加热回流提取测得的蔓荆子黄素含量最高。

参 考 文 献

1 中华人民共和国药典(一部). 1995:322
2 Goma C S, *et al.* Planta Med,1978,33(3):277
(1998-03-03 收稿)

麝珠明目滴眼液质量控制方法

福建省药品检验所(福州 350001)
卢镜明眼药厂

潘 馨* 季莲芳
曾 敏

摘 要 用气相色谱法测定麝珠明目滴眼液中冰片的含量,用薄层色谱法测定盐酸小檗碱的含量,结果满意。

关键词 气相色谱法 薄层扫描法 冰片 盐酸小檗碱

麝珠明目滴眼液由麝香、珍珠、冰片、黄连等中药组成,其中麝香、珍珠为君药,冰片、

黄连为臣药。由于本品含麝香量少,为控制本品的内在质量,我们采用气相色谱法对冰片,