

药质量研究提供了一种方法。

4.2 黄芪甲苷斑点在显色过程中,斑点颜色变为紫红色时,应迅速从烘箱中取出,并在薄层板上覆盖一

同样大小的玻璃板,周边密封,否则,黄芪甲苷斑点的最大吸光波长发生位移,吸光度积分值降低。

(1999-09-08收稿)

气相色谱法测定冰硼含片中冰片的含量

天津中医学院 (300193)

刘桂霞

河南省中药研究所

杨胜亚 蔡中琴

冰硼含片是在传统方剂冰硼散的基础上研制的中药新剂型。由冰片、硼砂等 4 味中药组成。为探索该新制剂的质量标准,我们用气相色谱法对方中冰片的含量进行了测定。

1 样品试剂与仪器

冰硼含片:自制 冰片对照品:购自中国药品生物制品检定所。萘、丙酮为分析纯

GC-9A 气相色谱仪,岛津 C-R2AX 数据处理机, FID(火焰离子)检测器,色谱柱 3.2 mm \times 2.1 m 玻璃柱以 10% PEG20M 为填料,以 Chromosorb WAW-DMCS 为载体,载气流速 $N_2=5$ mL/min $P_{H_2}=59$ kPa $P_{空气}=49$ kPa,检测器温度 200 $^{\circ}C$,进样器温度 200 $^{\circ}C$,柱温 130 $^{\circ}C$ 。

2 方法与结果

2.1 标准曲线的绘制:精密称定冰片对照品 50 mg,用丙酮溶解并转移至 25 mL 的容量瓶中,用丙酮稀释至刻度摇匀,分取 1, 1.5, 2, 2.5, 3 μ L 注入气相色谱仪,测定其吸光度,其回归方程 $A=107.643M+98.192.6$,相关系数 $r=0.999$

2.2 校正因子的测定:取内标物萘 250 mg,精密称定,加丙酮溶解并稀释至 25 mL,摇匀,另取冰片对照品 50 mg,精密称定,用丙酮溶解并稀释至 25 mL,摇匀,精密吸取上述内标物萘液 1 mL 及冰片对照品液 5 mL 置 10 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至

刻度,摇匀,取 1 μ L 注入气相色谱仪,计算校正因子,结果为 1.33, $RSD=0.30\%$ ($n=6$)

2.3 样品的含量测定:取样品研细,精密称定 1 g,加丙酮 4 mL,用涡流混合器混合,离心,取上清液于 10 mL 的容量瓶中,残渣再分别加入丙酮 3, 2 mL,按上法重复操作两次,取上清液,并入同一容量瓶中,精密加入内标物溶液 1 mL,用丙酮稀释至刻度,摇匀,取 1 μ L 注入气相色谱仪,测定,计算即得。其结果见表 1

表 1 样品中冰片的含量 (%)

批号	0809	0810	0811	0826	1013	1014	1015	1207	1208	1209
含量	0.79	0.77	0.78	0.88	0.87	0.85	0.88	0.89	0.87	0.89

2.4 回收率试验:取样品研细,精密称定 1 g 6 份,分别加入 2 mg/mL 的对照品溶液 0, 2.5, 3.0, 2.5, 3.0, 4.0 mL,再依次加入丙酮 4, 1.5, 1.0, 0, 1.5, 1.0, 0 mL,按含量测定方法项下提取,测定其含量,计算其回收率,结果为 99.90%, $RSD=1.98\%$ ($n=6$)

3 讨论

实验证明本方法简便快捷,准确,可作为生产中冰硼含片中冰片含量的定量方法,也为其它含有冰片的中药制剂中冰片的含量测定提供参考。

(2000-01-12收稿)

《中草药》杂志 2000 年第 31 卷增刊征订启事

为了加速中药产业的技术创新,经国家科技部(国科发财字[2000]25号文)批准,我部编辑、出版了以“中药新理论、新剂型、新工艺和新技术”为主要内容的《中草药》杂志 2000 年增刊。本增刊共收载论文 112 篇,其中特邀国内中药化学、药理、制剂、分析等方面的知名专家和中青年学科带头人就“中药新理论、新剂型、新工艺和新技术”撰写专论文章 14 篇。本增刊选题广泛,内容新颖,学术水平较高,科学性较强。总文题请见《中草药》杂志 2000 年第 9 期第附 10 页。

增刊为大 16 开本,210 页(约 40 万字),天津市报刊增刊特准准印证(2000)第(112)号,定价 65 元,另加包装费、邮费 5 元。凡订阅者请直接向我部邮购。

地址:天津市南开区鞍山西道 308 号 邮编:300193 电话:022-27474913

《中草药》杂志编辑部