

mL BF₃-甲醇溶液,在水浴上煮沸 2 min,待冷却后加入正辛烷 1 mL,振摇使甲酯转入正辛烷中,加饱和食盐水使脂肪酸甲酯至瓶颈

处,用微量注射器各抽取 2 μL,做气相色谱,结果见图 1,其 IV 为原图图。

2 结果与讨论

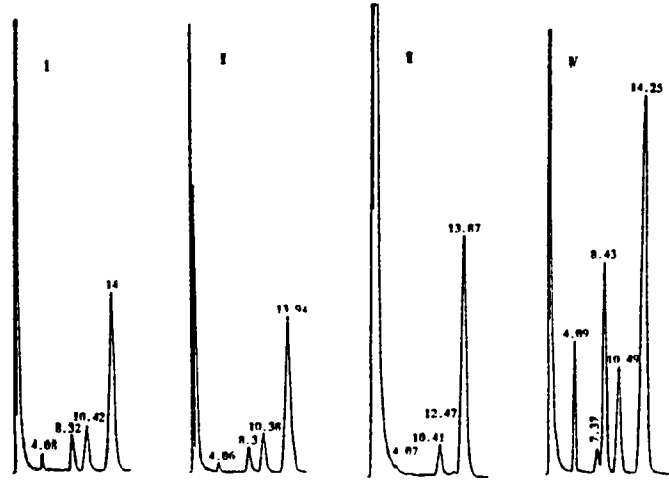


图 1 样品气相色谱图

I -14、II -13.94、III -13.87、IV -14.25 为 α-亚麻酸

由图 1 可见:(I)α-亚麻酸含量为 74.3%;(II)α-亚麻酸含量为 77.3%;(III)α-亚麻酸含量为 89.3%;(IV)α-亚麻酸含量为 57.4%。

结果表明,用 NaOH 皂化后,可将 α-亚麻酸由 57.4%直接提高到 74.3%,再经尿素包合即可达到 89.3%。重复做此实验仍可达

到 89%以上。说明此方法稳定,重复性好。

参 考 文 献

1 朱廷儒,等. 东北油脂植物及油脂成分测定法. 沈阳:辽宁人民出版社,1980.
2 王 晶,等. 食品科学,1996,17(6):59
3 周 丹,等. 中草药,1994,25(5):251
4 朱 丹,等. 粮食与油脂,1996(1):29

(1996-07-05 收稿)

气相色谱法测定桂林西瓜霜中冰片及薄荷脑的含量

桂林三金药业集团公司(541004) 邹节明* 刘江林 伍德久 卢 丹

摘 要 采用气相色谱法,选择萘为内标物,测定桂林西瓜霜中冰片及薄荷脑的含量,可作为该制剂质量控制指标之一。

关键词 桂林西瓜霜 气相色谱法 冰片 薄荷脑 含量测定

桂林西瓜霜系口腔、咽喉疾病的良药,为冰片、薄荷脑等 14 味中药组成。为进一步控制国家中药保护品种,由西瓜霜、山豆根、黄连、制桂林西瓜霜散剂和桂林西瓜霜含片的内在

* Address: Zhou Jieming,Guilin Sanjin Medicine Group Co.LTD. ,Guilin
邹节明 男,53 岁,大本毕业,桂林三金药业集团公司董事长,高级工程师,兼任“中国中医药工作专家咨询委员会”委员、卫生部第七届药典委员会委员等职。一直在该公司从事中成药产品研究开发和中药制药工程。设计和主持研究开发桂林西瓜霜、三金片、西瓜霜润喉片等中成药新品种 45 种,目前已有 38 种列入部颁标准,10 种列为国家中药保护品种、国家基本药物,主持公司中药提取、片剂车间等重要技改工程,创造显著的经济效益和社会效益。曾获国家级、部级、省级科技进步奖 5 项,省级以上杂志发表论文 25 篇,1991 年国家授予为有突出贡献的中医药专家。

质量,拟增加冰片、薄荷脑的含量测定指标。气相色谱法能将薄荷脑、冰片中的异龙脑和龙脑及内标物质萘很好的分离,而且该法简便,快速,准确,重现性好。

1 仪器、试剂和药品

1.1 仪器:PERKIN ELMER 公司 PE Autosystem GC 及 PE Auto GC. 1020 积分仪。

1.2 试剂:无水乙醇、萘均为分析纯。薄荷脑、冰片对照品:中国药品生物制品检定所。

对照品溶液的配制:分别精密称定薄荷脑、冰片对照品约 200、600 mg,置 50 mL 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

内标溶液的配制:精密称取萘 250 mg,置 100 mL 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

1.3 桂林西瓜霜散剂和桂林西瓜霜含片:桂林三金药业集团公司研制。

2 方法和结果

2.1 色谱条件:色谱柱:10%FFAP Chromosorb (W-HP) 100~120 目,不锈钢柱 3 mm×2 m;气体流速:氮气,25 mL/min;氢气,40 mL/min;空气,400 mL/min;柱温:140℃;进样口温度:180℃;检测器(FID)温度:200℃;纸速:1 cm/min。该条件下桂林西瓜霜含片样品的色谱图见图 1。

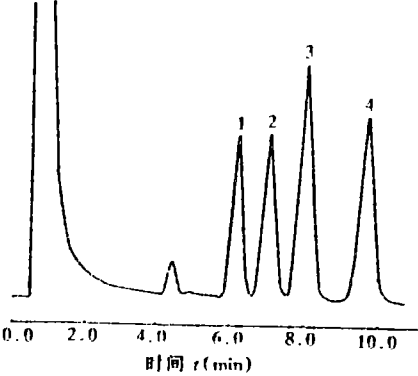


图 1 样品气相色谱图

1-薄荷脑 $t_R=6.148\text{ min}$ 2-异龙脑 $t_R=7.012\text{ min}$
3-龙脑 $t_R=7.998\text{ min}$ 4-萘 $t_R=9.673\text{ min}$

2.2 提取条件的选择:选择提取方法时,根据冰片、薄荷脑易溶于无水乙醇的特性,选用

无水乙醇为提取溶媒,对搅拌(10、15、20 min)、搅拌后冷浸 12 h、超声处理(10、15、20 min)3 种提取方法及不同提取时间进行比较。结果表明 3 种方法测定结果基本一致,故选择操作简便的超声处理(10 min)方法。

2.3 线性关系的考察:精密吸取薄荷脑、冰片对照品溶液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0 mL 于 25 mL 量瓶中,各精密加入内标溶液 5 mL,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,各取 5 μL 进样,以标准品浓度与内标溶液浓度之比为横坐标,以标准品峰面积与内标峰面积之比为纵坐标,得回归方程为:

薄荷脑: $Y=0.7601X-7.1482\times 10^{-3}$, $r=0.9999$, 线性范围 0.4064~6.5024 μg 。

冰片: $Y=0.7654X-0.0284$, $r=0.9999$; 线性范围 1.2024~19.2384 μg 。

2.4 校正因子测定:取薄荷脑对照品约 15 mg,冰片对照品约 45 mg,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加入内标溶液 5 mL,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。取 5 μL 注入气相色谱仪,计算校正因子。结果各组分定量校正因子薄荷脑为 1.3145, RSD 0.28% ($n=4$) 冰片为 1.3107, RSD 0.18% ($n=4$)。

2.5 精密度试验:取桂林西瓜霜含片的同一样品连续进样 5 次;薄荷脑平均含量为 0.9083 mg/片, RSD=0.22%;冰片平均含量为 2.7919 mg/片, RSD=0.21%。结果表明精密度很高。

2.6 重复性试验:取同一批号的桂林西瓜霜含片样品,重复测定 5 次,薄荷脑平均含量为 0.9280 mg/片, RSD=2.04%;冰片平均含量为 2.8308 mg/片, RSD=1.20%。结果表明重现性良好。

2.7 加样回收试验:取与重复性试验同一批号样品,研碎,精密称定 2 片量,置 10 mL 离心管中,加入薄荷脑、冰片对照品溶液 2 mL,再精密加入内标溶液 1 mL 与无水乙醇 2 mL 密塞,超声提取 10 min,离心,取上清液 5 μL 进样,计算回收率,结果平均回收率冰片为 98.31%, RSD 1.59% ($n=5$),薄荷脑为

97.91%,RSD=1.60%(n=5)。

桂林西瓜霜散剂 5 份样品中,薄荷脑平均回收率为 100.79%,RSD=1.26%;冰片平均回收率为 98.24%,RSD=2.04%。

表 1 桂林西瓜霜含片的样品测定结果

批号	薄荷脑含量 (mg/片)	RSD(%) (n=3)	冰片含量 (mg/片)	RSD(%) (n=3)
941201	0.7718	0.15	2.4793	0.04
941202	1.0699	1.12	3.1878	0.14
941203	1.2932	0.13	3.5524	0.07
960101	1.1264	0.43	3.4388	0.65
950102	1.0240	0.16	3.7160	0.23
950103	0.9408	0.36	3.1808	0.21
950401	0.9861	0.20	3.2262	0.04
950601	0.8179	0.40	2.9863	0.49
950602	0.7334	0.44	2.8318	0.62
950603	0.8414	0.33	2.8470	0.40

2.8 样品测定:取含片样品 10 片,研碎,精

密称定 2 片量;或取散剂样品 0.1 g,精密称定,置 10 mL 离心管中,精密加入内标溶液 1 mL 与无水乙醇 4 mL,密塞,超声提取 10 min,离心,取上清液 5 μL 注入气相色谱仪,含片样品测定结果见表 1。

3 小结

选用 FFAP 柱,出峰时间短,分离度好,能将薄荷脑、冰片中的异龙脑和龙脑及内标物质萘很好的分离。

采用气相色谱法测定桂林西瓜霜中冰片、薄荷脑的含量。此法准确度好,灵敏度高,操作简便,能起到控制桂林西瓜霜质量的作用。
(1996-10-04 收稿)

痛经宝冲剂中原儿茶醛含量的 R-HPLC 测定

河南省药品检验所(郑州 450003) 朱宝珠 李向阳

痛经宝冲剂系由丹参、红花、元胡等 9 味中药组成的复方制剂,为一妇科名医验方,临床用于治疗妇女痛经,月经不调。丹参功能祛瘀止痛、活血通经,原儿茶醛为其主要水溶性活性成分,故采用 R-HPLC 法测定其原儿茶醛含量,为该药的内在质量控制提供了可靠的方法。

1 仪器与药品

岛津 LC-5A 高效液相色谱仪,SPD-2Am 紫外检测器,CR-3A 色谱数据处理机。痛经宝冲剂(河南宛西制药厂),原儿茶醛(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及行为:色谱柱 ODS-C₁₈(200 mm×4.6 mm),流动相:甲醇-水-冰醋酸(20:70:0.4),检测波长 280 nm,流速 0.6 mL/min,柱温为常温。测得原儿茶醛保留时间为 12.4 min。

2.2 标准曲线的绘制:精密称取原儿茶醛标准品,加甲醇制成 1 mL 含 0.32 mg 的溶液,从中吸取一定量置 50 mL 容量瓶中,加甲醇稀释成每毫升含 6.4、12.8、19.2、25.6、32.0 μg 的溶液,分别进样 5 μL,以浓度为横坐标,对应的峰面积为纵座标,求得回归方程:Y=191089.8X+433.25,r=0.9998。

2.3 样品的含量测定:取样品约 1 g,精密称定,加盐酸溶液(0.1 mol/L)20 mL 使溶解,离心,分取上清液,沉淀用盐酸溶液(0.1 mol/L)10 mL 分次洗

涤,离心,合并上清液,移至分液漏斗中,用乙醚萃取 4 次,每次 20 mL,合并乙醚液,水浴挥干,残渣加甲醇适量使溶解、转移、定容至 25 mL 量瓶中,每次进样 10 μL 测定计算,结果见表 1。

表 1 样品中原儿茶醛含量测定结果(n=3)

批号	平均含量(%)	RSD(%)
950105	0.0225	2.20
950114	0.0204	1.17
950402	0.0195	0.46
950405	0.0201	1.64

2.4 回收率试验:精密称取已知含量的样品一定量,作为基质,分别加入原儿茶醛对照品溶液(95.2 μg/mL)0.75、1.00、1.25 mL,按含量测定方法测定,结果平均回收率为 99.23%,RSD=2.04%(n=6)。

2.5 重现性试验:选痛经宝冲剂样品(批号 950405),平行取样 6 份,按上述方法进行分析,测得平均含量为 0.0201%,RSD=3.38%,表明本法重现性较好。

3 讨论

3.1 采用稀酸提取样品,是因为原儿茶醛在稀酸溶液中有良好的溶解性,不易氧化,而且对该样品还有酸沉除杂的作用。

3.2 按此方法测定了不同商品来源的丹参药材,其原儿茶醛含量分别为 0.012%,0.010%,0.020%,重现性亦较好。
(1996-05-27 收稿)